

1

Grundlagen der Laborarbeit

Im Unterschied zu den Probierstuben der Alchimisten sind die in den modernen Chemielaboren arbeitenden Menschen Laborordnungen und Betriebsanweisungen unterworfen. Am Anfang jeden Arbeitens und Unterrichtens im Chemielabor stehen daher eine Sicherheitsbelehrung und die Erkundung des Arbeitsplatzes „Labor“. In diesem ersten Kapitel geht es daher um die Arbeitssicherheit im Chemielabor, also um Arbeitsregeln und Sicherheitsmaßnahmen, um Sicherheitseinrichtungen im Labor sowie um den fachgerechten Umgang mit Gefahrstoffen.

1.1

Arbeitsregeln und Laborordnung

1.1.1

Gefahren im Chemielabor

Friedrich Wöhler (1800–1882) entdeckte 1827 das Aluminium und 1828 eine Möglichkeit zur künstlichen Herstellung von Harnstoff. Mit einem einfachen Reagenzglasversuch begründete er so die Organische Chemie, den heute wohl bedeutendsten Zweig der Chemie. Schon im jugendlichen Alter zeigte er den staunenden Eltern und Geschwistern, wie er aus Kaliumchlorid und glühender Holzkohle hochgefährliche metallische Kügelchen herstellen konnte, die auf dem Wasser schwimmen und sich dabei von selbst entzünden: das Kalium. Bei einem anderen Experiment wäre Wöhler beinahe getötet worden. Seine Gasherstellungsapparatur war undicht, er hatte giftiges Chlorgas hergestellt. Sein Vorbild Berzelius starb 1848 an Selenvergiftung. Auch sein Schüler Wöhler hatte das Selen zuvor begeistert untersucht – wiederum ohne Sicherheitsmaßnahmen.

Zur Praxis moderner, professioneller Laborarbeit gehört es jedoch, Sicherheitsmaßnahmen zu treffen. Diese werden in der *Betriebsanweisung* oder *Laborordnung* vorgeschrieben. Zusätzlich müssen Chemielabore mit Sicherheitseinrichtungen ausgerüstet sein.

Das Einhalten der in Laborordnungen und Betriebsanweisungen vorgeschriebenen Sicherheitsmaßnahmen dient der Vermeidung von unter Umständen tödlichen Unfällen im Labor.

1.1.2

Laborordnung und Betriebsanweisung

Zur Wahrung der Arbeitssicherheit erlassen Chemieunternehmen ebenso wie Schulleitungen bzw. deren Sicherheitsbeauftragte Betriebsanweisungen und speziell für Labors zusätzliche Labor(ver)ordnungen. Diese enthalten:

- Beim Umgang mit Gefahrstoffen auftretende Gefahren und Risiken (auch als *H-Sätze* bezeichnet)
- Dementsprechend erforderliche Schutzmaßnahmen und Verhaltensregeln (auch als *P-Sätze* bezeichnet)
- Anweisungen für das Verhalten im Gefahrfall („Alarmordnung“)
- *Erste-Hilfe-Regeln* und oft auch
- Entsorgungsratschläge (auch: *E-Sätze*) für eingesetzte und anfallende Gefahrstoffe.

Durch Laborordnungen und Betriebsanweisungen werden z. B. Essen, Trinken, Geschmacksproben und Rauchen bei der Arbeit untersagt. Schutzbrillen, Schutzkleidung und regelmäßige Sicherheitsbelehrungen sind vorgeschrieben. Auch sollte der Besuch eines Erste-Hilfe-Kurses oder zumindest das Studium wichtiger Erste-Hilfe-Regeln erfolgen.

Die Betriebsanweisung und die Laborordnung gelten auch nach der Ausbildung im Arbeitsleben. Die Gewerbeaufsicht überwacht den Arbeitsschutz in den Betrieben (gemäß *Gewerbeordnung* GewO) ebenso wie die Schulaufsichtsbehörde die Berufsbildenden Schulen (Berufskollegs). Die Berufsgenossenschaft Chemie (BG Chemie) ist Träger der sozialen Unfallversicherung (*Gesetzliche Unfallversicherung*, GUV). Sie hilft Arbeitsunfälle zu verhüten, führt sicherheitstechnische Beratungen und Schulungen durch, erlässt *Unfallverhütungsvorschriften* (UVV) und kontrolliert deren Einhaltung. Darüber hinaus übernimmt sie die medizinische und berufliche Versorgung nach Arbeits- und Wegeunfällen oder bei Berufskrankheiten bis hin zur finanziellen Versorgung Verunglückter und Hinterbliebener (RVO §§ 546, 556–566, 708, 722).

1.1.3

Arbeitssicherheit

1.1.3.1 Sicherheitseinrichtungen und -maßnahmen

Die notwendigen Sicherheitsmaßnahmen richten sich nach den Gefahrenhinweisen der verwendeten Gefahrstoffe. Welche Chemikalien und Reagenzien als Gefahrstoffe anzusehen sind, wird in Abschnitt 1.2 erläutert. *Gefahrstoffdatenblätter*

und Datenbanken weisen für jeden Gefahrstoff *H-Sätze* (hazard statements) und *P-Sätze* (precautionary statements) aus. Über diese hat sich jeder, der im Chemielabor arbeitet, gründlich zu informieren, noch bevor er den Stoff einsetzt!

Auch Sicherheitseinrichtungen dürfen in keinem (Chemie-)Labor fehlen. Dazu gehören: Not-Aus-Knopf (unterbricht Strom- und Gaszufuhr), Feuerlöschergerät, Augen- und Personendusche, Erste-Hilfe-Kasten und -material, Tafel mit Warnhinweisen, spezielle Vorratsräume (mit explosionsgeschütztem Schrank, Giftschrank usw.) sowie Abzugs-, Belüftungs- und Entsorgungseinrichtungen.

1.1.3.2 Unfallverhütungsvorschriften (UVV) zur Wahrung der Sicherheit im Umgang mit Chemikalien

Das Arbeiten in chemischen Laboratorien erfordert Vorsicht. Vor jedem Versuch muss man sich darüber im Klaren sein, welche Reaktionen eintreten können. Es ist deshalb nicht erlaubt, allein in einem Labor chemische Arbeiten auszuführen. Insbesondere bei Arbeiten mit brennbaren Flüssigkeiten, Giften oder bei Explosionsgefahr soll der damit Arbeitende nicht allein sein, damit ein Kollege im Notfall sofort Hilfe holen und dann auch selber leisten kann. In solchen Fällen sind daher die „Nachbarn“ am Arbeitsplatz und ggf. Lehrkräfte, Ausbilder oder Vorgesetzte über mögliche Gefahren der geplanten Arbeit zu informieren. Voraussetzung für erfolgreiches Experimentieren sind also Bedachtsamkeit, Sauberkeit und Ordnung am Arbeitsplatz.

■ Grundgesetze der Laborarbeit (Arbeitsregeln)

- 1) Vor der Benutzung einer unbekannten Chemikalie die Warnhinweise auf dem Behälter ansehen
- 2) Informationen über mögliche Gefahren und Risiken studieren (H-/P-Sätze der Gefahrstoffdaten)
- 3) Entsorgungsmöglichkeiten und -vorschriften erkunden und bei der Arbeit beachten (E-Sätze)
- 4) Benutzte Reagenzien wieder an ihren Platz zurückstellen, ggf. verschüttete Substanzen sofort aufwischen.

Wichtige *Unfallverhütungsvorschriften* (UVV) im Umgang mit Gefahrstoffen und anderen Chemikalien sind in folgender Übersicht zusammengestellt.

■ Zehn Gebote für das Arbeiten im Chemielabor

- 1) Im Labor immer Arbeitsschutzkleidung tragen (festes, geschlossenes Schuhwerk, Baumwollkittel, Schutzbrille)! Das Labor also auch nicht ohne diese Schutzausrüstung betreten!
- 2) Das Essen, Trinken und Rauchen ist im Labor strengstens verboten (Vergiftungs- und Brandgefahr)!
- 3) Arbeiten mit brennbaren Flüssigkeiten niemals in der Nähe offener Flammen ausführen!
- 4) Bei Bränden sind die vorhandenen Feuerlöscher zu benutzen (Brandklasse beachten)! Fängt die Kleidung Feuer, sind Feuerlöschdecken oder

- Personenduschen zu verwenden. Achtung: Brennende Metalle werden mit Sand gelöscht, nicht mit Wasser!
- 5) Versuche mit giftigen, ätzenden oder übelriechenden Gasen nur unter dem Abzug ausführen! Auch beim Abdampfen von säure- und laugenhaltigen Lösungen ist die Nutzung von Abzügen Pflicht!
 - 6) Flüssigkeiten im Reagenzglas nur unter Schüttelbewegungen erhitzten (Vermeidung von Siedeverzügen; gegebenenfalls Siedesteinchen verwenden)! Die Öffnung darf dabei nie auf Personen gerichtet sein!
 - 7) Äußerste Vorsicht beim Umgang mit heißen Säuren und Laugen (Verätzungsgefahr)! Sicherheitsregel zum Verdünnen von konzentrierter Schwefelsäure: „Erst das Wasser, dann die Säure, sonst passiert das Ungeheuer!“
 - 8) Beim Ansaugen ätzender und giftiger Flüssigkeiten Sicherheitspipetten oder Pipetten mit Peleusball als Ansaughilfen verwenden!
 - 9) Keine dünnwandigen Glasgefäße mit flachem Boden oder Glassprüngen evakuieren (Implotionsgefahr)!
 - 10) Vor dem Verlassen des Arbeitsplatzes die Hähne aller Leitungen (Gas, Wasser) schließen, Geräte abschalten!

1.1.3.3 Weitere Grundsätze der Laborarbeit

Kaum jemand nähert sich freiwillig ungeschützt einem Löwen. Entsprechend sollte man auch mit Gefahrstoffen umgehen. Bei der Durchführung eines Experiments ist daher stets diese Reihenfolge einzuhalten:

- 1) Zuerst H- und P-Sätze einzusetzender Gefahrstoffe notieren, lesen und beachten (inkl. der Warnhinweise!)
- 2) Dann Versuchsaufbauten und -durchführungen gemäß Versuchsvorschrift gründlich planen.
- 3) Danach Geräte und Chemikalien bereitstellen (Gefahrstoffe nie ohne Kennzeichnung!)
- 4) Die Versuchsapparatur aufbauen.
- 5) Dann erst den Versuch durchführen (Genau nach Versuchsvorschrift bzw. Anweisung arbeiten und nie hastig oder unüberlegt: Mengen- und Chemikalienangaben sind genauso einzuhalten wie UVV!)
- 6) Laufende Versuche genau beobachten, alle Beobachtungen und Messwerte in einem fest gebundenen Heft notieren (Diese Labornotizen dienen beim Verfassen der Arbeitsberichte/Versuchsprotokolle der Versuchsauswertung).
- 7) Arbeitsplatz und -geräte sauber halten, Geräte nach Benutzung sofort reinigen und wegräumen.

Aufgaben

1. Zählen Sie die Sicherheitseinrichtungen des Labors auf, in dem Sie tätig sind, und notieren Sie die wesentlichen Grundsätze der Laborarbeit.
2. Zählen Sie wichtige Unfallverhütungsvorschriften (UVV) für die Arbeit im Chemielabor auf und begründen Sie sie.
3. Nennen Sie die größten Unfallgefahren und häufigsten Verletzungsursachen im Chemielabor. Geben Sie jeweils mit an, wie Sie diese Unfälle vermeiden können.
4. „Gefahr erkannt – Gefahr gebannt“, heißt es. Sie haben den Auftrag erhalten, mit Ether (chemischer Name: Diethylether), Kalium und Brom zu arbeiten.
 - Geben Sie die im Umgang mit diesen konkreten Gefahrstoffen drohenden Gefahren und Risiken an.
 - Nennen Sie die für Ihre Arbeit erforderlichen Sicherheits- und Schutzmaßnahmen!

1.2

Umgang mit Gefahrstoffen

Für den Umgang mit Gefahrstoffen gelten Vorschriften wie z. B. das Gesetz zum Schutz vor gefährlichen Stoffen, kurz *Chemikaliengesetz* (ChemG), die Verordnung zum Schutz vor gefährlichen Stoffen, kurz *Gefahrstoffverordnung* (GefStoffV), die REACH-Verordnung der EU (in Kraft seit 1.6.2007, von engl. Registration, Evaluation and Authorization of Chemicals), und das GHS (Global Harmonisierten System zur Einstufung und Kennzeichnung von Chemikalien und deren Gemischen) sowie Unfallverhütungsvorschriften (UVV) der Gesetzlichen Unfallversicherung (*GUV-Regeln*).

1.2.1

Gefahrensymbole gemäß GHS und Gefahrstoffverordnung (GefStoffV)

Gefahrstoffe sind Stoffe und Zubereitungen mit Stoffen, die auf Grund ihrer Eigenschaften eine Gefährdung für Mensch und Umwelt darstellen. Das sind im Sinne des Chemikaliengesetzes (ChemG § 3b Abs. 1) Stoffe oder Zubereitungen, die eine oder mehrere der folgenden Eigenschaften aufweisen:

- Explosionsgefährlich
- Leichtentzündlich
- Giftig
- Krebszeugend (kanzerogen)
- Reizend
- Fortpflanzungsgefährdend (reproduktionstoxisch)
- Gefährdung der Fortpflanzungsfähigkeit
- Brandfördernd
- Entzündlich
- Gesundheitsschädlich
- Erbgutverändernd (mutagen)
- Sensibilisierend
- Hochentzündlich
- Sehr giftig
- Ätzend
- Umweltgefährlich (ökotoxisch)

1.2.1.1 Gefahren- und GHS-Gefährdungssymbole

Gefahrstoffe sind mit Gefahrensymbolen zu kennzeichnen. In der EU im Gebrauch sind *GHS-Gefährdungssymbole* nach dem GHS (Piktogramme, schwarze Symbole auf weißem Hintergrund mit rotem Rand, weltweit im Gebrauch, in der EU ab 2010 vorgeschrieben) und *Gefahrensymbole* (schwarze Warnhinweise auf orangefarbenem Hintergrund, in der EU noch für eine Übergangszeit bis 2016 zulässig).

Sie dienen zur Erstorientierung, sind an den Behältern aller Gefahrstoffe anzubringen und werden entsprechend bestimmter *Gefährlichkeitsmerkmale* zugeordnet (Wirkungsweisen, Signalworte). Zu den Gefahrensymbolen gehören zudem *Kennbuchstaben* (Beispiele: C für ätzend, T+ für hochgiftig). Die GHS-Gefährdungssymbole und die in der EU noch gebräuchlichen Gefahrensymbole und deren Kennbuchstaben nach der GefStoffV (entsprechend der EU-Norm RL 67/548/EWG) sind in Tabelle 1.1 dargestellt. Seit 2010 erfolgt die Kennzeichnung der Gefahrstoffe mit Gefahrensymbolen und Gefahrenbezeichnungen (Wirkung, Signalwort) nicht mehr nach der EU-Norm, sondern nach dem weltweit gültigen GHS-System.

Gefährdungssymbole haben nur Hinweischarakter: Sie stellen noch keine Verhaltensanweisungen dar. Diese weitergehenden Informationen müssen den Sicherheitsdatenblättern und Gefahrstoffkennzeichnungen auf jedem Behälter eines Gefahrstoffes oder Gemisches mit Gefahrstoffen entnommen werden (z. B. H-/P- bzw. R-/S- und E-Sätze).

Als *CMRF-Stoffe* bezeichnet man die Gefahrstoffe, die eines oder mehrere der folgenden Gefährlichkeitsmerkmale und Wirkungen aufweisen:

- Cancerogen (kanzerogen, krebserzeugend)
- Mutagen (erbgutschädigend),
- Reproduktionstoxisch (fruchtschädigend)
- Fertilitätsbeeinträchtigend (Gefährdung der Fruchtbarkeit/Fortpflanzungsfähigkeit).

Auf solche Gefahren muss auf den Verpackungen zusätzlich hingewiesen werden. Das gilt ebenso für *sensibilisierende Gefahrstoffe*, die z. B. heftige Allergien (Überempfindlichkeitsreaktionen) auslösen können.

Eine wichtige Maßnahme zum Schutz vor Gefahrstoffen ist das *Substitutionsgebot*: Beim Experimentieren sollen weitmöglichst Ersatzstoffe eingesetzt werden (z. B. Toluol statt Benzol oder Ethanol statt Methanol). Ein verantwortliches Handeln (responsible care) sollte im Umgang mit Gefahrstoffen immer gegeben sein.

Tabelle 1.1 GHS-Gefährdungs- und Gefahrensymbole.

Wirkung und Kennbuchstabe	GHS-Gefährdungs-symbol	Gefahrensymbol nach EN
Sehr giftig, T+		
Giftig, T		
Gesundheitsschädlich, Xn		
Ätzend, C		
Reizend, Xi		
Explosionsgefährlich, E		
Brandfördernd, O		
hochentzündlich, F+		
Leicht entzündlich, F		
Umweltgefährlich, N		

1.2.2

Risiken, Sicherheit, Entsorgung: Die H-, P- und E-Sätze

H-Sätze (*Hazard statements*, bisher: R-Sätze, Risiko-Sätze) kennzeichnen das Risiko, das von einem Stoff ausgeht, also die Art der Gefährdung.

P-Sätze (*Precautionary statements*, bisher: S-Sätze, Sicherheitsratschläge) geben an, welche konkreten Maßnahmen beim Umgang mit dem betreffenden Stoff getroffen werden müssen.

E-Sätze geben *Entsorgungshinweise* für Gefahrstoffe an.

H-, P- und E-Sätze werden in Form von Nummern angeben. Deren Bedeutung ist in Sicherheitsdatenblättern, Sicherheitsdatenbanken usw. nachzulesen. Einzelne Sätze werden hierin mit einem Bindestrich-Zeichen „-“ voneinander getrennt, kombinierte Sätze mit dem Schrägstrich „/“.

1.2.3

Kenndaten des Arbeitsschutzes

Grenzwerte setzen Grenzen für Gefahrstoffmengen, die ausreichen, um zu einer Gefährdung zu führen. Die beiden wichtigsten, den Arbeitsplatz Labor betreffenden Grenzwerte sind der Arbeitsplatzgrenzwert und der Biologische Grenzwert.

Der *Arbeitsplatzgrenzwert* (AGW) legt die maximal zulässige Konzentration eines gesundheitsgefährdenden Stoffes in der Raumluft am Arbeitsplatz fest. Der *Biologische Grenzwert* (BGW) bezieht sich hingegen auf bereits in den Körper aufgenommenen Stoffe bzw. ihre Konzentration im Körper des Arbeitnehmers.

Der AGW wird für alle die Gefahrstoffe angeben, für die es einen *Schwellenwert* gibt. Ein Schwellenwert ist eine Konzentration, die, wenn sie unterschritten wird, als ungefährlich einzustufen ist. Er wird auch Toleranzwert genannt. Der AGW wird in mL/m³ (ppm) oder in mg/m³ angegeben, bezogen auf die Raumluft am Arbeitsplatz. Ein besonders niedriger AGW bedeutet somit, dass der Stoff gefährlich ist und seine Konzentration am Arbeitsplatz sehr gering sein muss. Wenn er unterschritten wird, ist nach heutigem Kenntnisstand bei einer täglichen, achtstündigen Exposition durch den betreffenden Stoff eine Gesundheitsgefährdung nahezu ausgeschlossen. Für viele CMRF-Stoffe gibt es solche Grenzwerte nicht: Kanzerogene Stoffe weisen auch in kleinstmöglichen Konzentrationen noch immer die Fähigkeit auf, bei Mensch und Tier bösartige Geschwülste (Krebs) hervorzurufen.

Der BGW (früher: Biologischer Arbeitsplatz-Toleranzwert, BAT-Wert) ist die zweite wichtige Kenngröße dafür, wie stark ein Arbeitnehmer gefährdet ist, der Gefahrstoffen ausgesetzt wird (Exposition). Anders als der AGW gibt er allerdings nicht die Konzentration eines Gefahrstoffes in der Raumluft des Arbeitsplatzes an, sondern die Mengen, die im Blut und Zellgewebe des Arbeitenden maximal messbar sein dürfen.

1.2.4

Entsorgung und Umweltschutz

Entsorgungshinweise werden auch als E-Sätze bezeichnet. Sie geben an, wie für Mensch und Umwelt gefährliche Stoffe zu entsorgen und vor der Entsorgung vorzubehandeln sind. Folgende vier Arten von Abfällen werden im Labor jeweils getrennt in *Entsorgungsbehältern* gesammelt und entsorgt:

- Giftige Abfälle (im Giftschränk einzuschließen)
- Schwermetallhaltige Abfälle (getrennt in flüssig und fest)
- Organische Abfälle (Lösungsmittel und brennbare, nicht wasserlösliche Flüssigkeiten, getrennt in halogenhaltig und halogenfrei)
- Saure und basische Abfälle (sofern sie nicht zu den oberen Punkten gehören).

Säure-Base-Abfälle können nach Neutralisation im Ausguss entsorgt oder auch zur Vorbehandlung von Sonderabfällen eingesetzt werden. So werden z. B. *Chromatabfälle* (stark kanzerogen!) in Chrom-III-salze umgewandelt, indem man eine Natriumthiosulfatlösung oder Zink und Säure bzw. saure Abfälle auf sie einwirken lässt.

Im Entsorgungsbehälter für *Schwermetallabfälle* sollte man die Lösung hingegen basisch halten (stets oberhalb von pH-Wert 8). Dadurch fallen gelöste Schwermetalle als schlammige Niederschläge aus, z. B. als Hydroxide. Die obenstehende, nun schwermetallfreie Lösung kann dann abgegossen, neutralisiert und in den Ausguss gegeben werden. Dann ist nur noch der Schwermetallhydroxid-Schlamm zur Entsorgungsstelle zu bringen.

Andere Abfälle müssen vorbehandelt werden, bevor sie in die Entsorgungsbehälter gegeben werden dürfen:

- *Alkalimetalle* sind vorsichtig und in erbsengroßen Portionen in einer Porzellanschale mit *tert*-Butanol (2-Methyl-2-propanol) umzusetzen (Li und Na evtl. auch mit Brennspiritus). Nach Ende der Reaktion die Lösung in den Behälter für saure und basische Abfälle geben.
- *Chromatlösungen und Chromschwefelsäure* sind bei pH 2 mit Natriumhydrogensulfit umzusetzen. Alternativ können Chromat und Dichromat auch mit Salz- oder Schwefelsäure und unedlen Metallen (z.B. Zink) umgesetzt werden, wobei nach 1–3 Stunden grüne Chrom-III-Ionen entstehen. Diese im Sammelbehälter für Schwermetallionen als Chrom-III-hydroxid ausfällen (E11).
- *Formaldehydlösung* ist mit Harnstofflösung im Überschuss zu versetzen (einige Tropfen konz. Salzsäure zugeben, das polymere Produkt einen Tag später in den normalen Hausmüll geben).
- *Fluorwasserstoffsäure* sollte man im Plastikgefäß mit Kalkwasser (oder Ätzkalk-suspension) umsetzen, den Kalziumfluoridniederschlag abfiltrieren und in den Hausmüll geben.
- *Halogene* sind in Wasser zu geben und mit Natriumthiosulfatlösung umzusetzen. Bromdämpfe und Chlorgas können auch in Kalilauge eingeleitet werden.

Die Lösung mit den Halogenidionen ist dann ggf. zu neutralisieren und in den Ausguss zu geben (bei ca. pH 7–9).

- *Kalium- und Natriumcyanid* sind in eine Lösung von gleichen Teilen FeSO_4 + FeCl_3 zu geben, leicht zu erwärmen und umzuröhren. Danach ist verdünnte Natronlauge bis zur alkalischen Reaktion zuzugeben. Der blaue Eisen-Cyanid-Komplex ist schwer löslich und somit ungefährlich.
- *Nitritlösungen* kann man mit Hypochloritlösungen oxidieren und danach mit viel Wasser wegspülen.

1.2.5

Allgemeine Regeln für den Umgang mit Chemikalien

Für den Umgang mit Chemikalien im Labor gelten folgende Grundsätze:

- 1) Kleine Substanzmengen: Sämtliche Reaktionen, wenn nicht anders angegeben, mit kleinen Substanzmengen durchführen (bei Lösungen 1–2 mL; bei festen Substanzen etwa eine Spatelspitze $\cong 50\text{ mg}$).
- 2) Verunreinigungen vermeiden: Verunreinigungen von Chemikalien können entstehen durch Vertauschen von Flaschenstopfen, Berührung der Chemikalienvorratsflasche mit dem Reaktionsgefäß, Gase, Spritzer und durch Zurückfüllen nicht verwendeter Reagenzien in die Vorratsflasche.
- 3) Saubere Gerätschaften: Stets saubere Pipetten, Spatel oder Löffel für die Substanzentnahme verwenden.
- 4) Beschriftung: Gefüllte Gefäße mit einer dauerhaften Beschriftung bzw. einem Etikett versehen.
- 5) Reinheitsgrad: Stets den in der Versuchsvorschrift angegebenen Reinheitsgrad der Chemikalien beachten. Man verwendet: technisch, rein (*pur.*), reinst (*pu-riss.*), p. a. (*pro analysi*).
- 6) Entsorgung: Chemikalienreste sind gemäß Gefahrstoffverordnung zu entsorgen (s.o. Kap. 1.2.4, S. 9).
- 7) Beachtung: Den Betriebsanweisungen für den Umgang mit gefährlichen Arbeitsstoffen ist Folge zu leisten.

1.3

Verhalten in Notfällen, Erste Hilfe bei Unfällen

Geschieht ein Unfall, so ist Erste Hilfe zu leisten (Tab. 1.2). Jeder Unfall, auch der geringfügigste, muss in der Ausbildung dem zuständigen Lehrpersonal unverzüglich gemeldet werden, im Betrieb dem Vorgesetzten.

Ein Notfall kann schon eintreten, ohne dass es zu Personenschäden in Form einer Verletzung kommt. So gilt im Fall eines Verspritzens von Säuren und Laugen z. B.:

- Durch Säuren und Laugen getränktes Kleidungsstücke sofort ausziehen.
- Wasserlösliche Stoffe mit weichem Wasserstrahl längere Zeit so abspülen, dass das Wasser dabei nicht über unbeeinträchtigte Körperteile abfließt.
- Fettlösliche Stoffe mit reichlich Polyethylenglykol (PEG) abspülen oder mit PEG-getränktem Zellstoff abtupfen, mit Wasser und Seifenlösung nachwaschen.

Bei Personenschäden bringen Sie Verletzte sofort aus der Gefahrzone, beruhigen Sie sie und leisten Sie Erste Hilfe, wie in Tabelle 1.2 beschrieben. Verhindern Sie die Schädigung weiterer Personen und fordern Sie über Notruf Arzt bzw. Rettungsdienst an!

Tabelle 1.2 Erste-Hilfe-Maßnahmen.

Unfallart	Betroffene Körperteile	Erste-Hilfe-Maßnahmen
Verbrennung, Verbrühung, Schnittwunden	Haut	<ul style="list-style-type: none"> – Betroffene Körperteile einige Minuten mit kaltem Wasser spülen, bei brennender Kleidung Löschdecke oder Personendusche einsetzen. – Offene Brandwunden keinesfalls mit Wasser, Salbe oder Puder behandeln, sondern mit einer keimfreien Brandbinde bedecken. – Brandwunden vom Arzt versorgen und Splitter aus Schnittwunden entfernen lassen.
Verätzung	Haut	<ul style="list-style-type: none"> – Auf die Haut geratene Säure oder Lauge sofort mit viel Leitungswasser abspülen. – Bei konzentrierter Schwefelsäure die Hauptmenge erst mit einem Lappen entfernen, da sie sich sonst beim Verdünnen mit Wasser stark erhitzt. – Lockeren, keimfreien Verband auflegen und Arzt aufsuchen. – Bei Säure- bzw. Laugenverletzungen des Mundes kräftig mit Wasser spülen, nicht verschlucken! – Wurde Säure oder Lauge geschluckt, ist ein Neutralisationsmittel zu geben (bei Säuren: eine Aufschämmung von 5 g MgO in 100 ml Wasser, bei Laugen: maximal 1%ige Essigsäure).
	Mund, Magen-Darm-Trakt	
	Augen	<ul style="list-style-type: none"> – Mit Säuren oder Laugen den Kopf nach hinten beugen, Augenlider spreizen und gründlich mehrere Minuten mit weichem Wasserstrahl spülen. – Ablaufendes Wasser darf nicht in das unbeeinträchtigte Auge fließen! Keine Neutralisation versuchen. – Der Betroffene muss anschließend sofort und in Begleitung zum Augenarzt!
Verätzung, Vergiftung	Lungen	<ul style="list-style-type: none"> – Verletzten an die frische Luft bringen und tief durchatmen lassen. – Bei Atem- oder Herz-Kreislauf-Stillstand wiederbeleben. – Bei Bewusstlosigkeit keinesfalls Wasser oder Ähnliches einflößen. – In Zweifelsfällen sofort ärztliche Hilfe holen.
Vergiftung	Mund, Magen, Darm	<ul style="list-style-type: none"> – In jedem Fall den Notdienst oder eine der Giftnotruf-Zentralen rufen und Bezeichnung des Giftes nennen.

1.4

Laborgeräte und ihre Handhabung

1.4.1

Geräte zum Heizen

Zum Erhitzen und Trocknen von Stoffen finden im Labor Bunsenbrenner (Gasbrenner) und durch Widerstandsheizung betriebene Elektro- und Heizgeräte, wie Pilzheizhauben, Muffelofen, Trockenofen usw. Verwendung.

Im *Bunsenbrenner* (Abb. 1.1) strömt das Gas aus einer Düse in den Schornstein und saugt dabei aus einer seitlich angebrachten Öffnung Primär Luft an, die sich im Schornstein mit Erdgas mischt. Bei Zündung brennt dieses Gemisch am oberen Rand des Schornsteins ab. Zur Inbetriebnahme wird das ausströmende Gas bei abgesperrter Primär Luft gezündet. Man erhält eine leuchtende Flamme, die folgende Strukturierung aufweist: Innenkegel, Außenkegel, Flammenssaum. Wird die Primär Luft zudosiert, färbt sich die Flamme blau und rauscht.

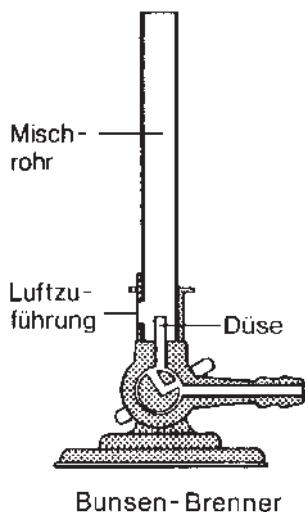
Man spricht von einem „Durchschlagen des Brenners“, wenn die Luftzufuhr im Verhältnis zur Gaszufuhr zu groß ist. Das Gas brennt dann an der inneren Düse, der Gummischlauch droht zu schmoren. In diesem Fall ist die Gaszufuhr abzustellen, die Luftzufuhr zu verringern und der Brenner erneut zu zünden.

1.4.2

Geräte zum Trocknen

Schonend und gründlich trocknet man im *Exsikkator*; zur Beschleunigung der Trocknung werden Exsikkatoren mittels *Wasserstrahlpumpe* evakuiert. Ein wirk-

Abb. 1.1 Gas-/Bunsenbrenner.



sames Trocknungsmittel muss neben einer guten Trocknungsintensität auch eine hohe Trocknungskapazität besitzen. Je mehr Wasser bei ausreichend intensiver Trocknungsintensität aufgenommen werden kann, desto größer ist die Trocknungskapazität. Mittel wie konz. Schwefelsäure (H_2SO_4), Diphosphorpentoxid (P_2O_5), Kalziumchlorid ($CaCl_2$) und kristallwasserfreies Bittersalz ($MgSO_4$) erfüllen beide Anforderungen und sind deshalb häufig angewendete *Trocknungsmittel*.

1.4.3

Glasgeräte

Glasgeräte sind in einem Chemielabor unentbehrlich. Das Material Glas wird hergestellt, indem Kalk, Sand und Pottasche oder Soda erhitzt werden. Ab 800–900 °C verbacht das Gemenge („Sintern“): CO_2 -Gas entweicht und amorphe Silikate entstehen. Die von ca. 1300–1550 °C wieder auf rund 1200 °C abgekühlte Schmelze wird durch Blasen (viele Glasgeräte), Pressen (Flaschengläser) und Ziehen oder Walzen (Fenster- und Spiegelgläser) geformt. Durch Zusätze von Metalloxiden werden Gläser eingefärbt, mit Zinkoxid zu Milchglas verarbeitet. Für das Labor wichtige *Glassorten* sind das Borosilikatglas („Chemieglas“, sehr wärmebeständig und nur durch Flusssäure und starke Laugen angreifbar), das Natron- oder Normalglas, das Quarzglas (unempfindlich gegen starke Temperaturschwankungen) sowie das Erdalkali-Borosilikatglas und das Aluminosilikatglas.

Zur Reinigung von Glasgeräten dienen neben Bürsten in erster Linie Reinigungs- und Lösungsmittel (Tab. 1.3). Zum Nachspülen sollte man dann destilliertes oder entmineralisiertes Wasser, Ethanol oder Aceton verwenden.

Glasarbeiten führt man im Labor durch, indem man ein Glasrohr zurechtschneidet (Abb. 1.2), an der heißesten Stelle der Brennerflamme erwärmt (Abb. 1.3) und es je nach Bedarf zur Spitze auszieht oder biegt (Abb. 1.4). Ein Glasrohrstück wird *Kapillare* genannt, wenn die Verjüngung des mittig erhitzten Glasrohrstückes beim Auseinanderziehen so eng wird, dass man kaum noch erkennt, dass das Rohr innen hohl ist. Glaskapillaren können winzige Flüssigkeitsmengen aufsaugen oder als Siedehilfen beim Erhitzen von Flüssigkeiten im Vakuum dienen (Siedekapillaren).

Tabelle 1.3 Reinigungsmittel für bestimmte Arten von Verunreinigungen.

Verunreinigung	Reinigungsmittel
Stäube, Salze, einige Oxide	Wasser, ggf. Spülmittellösung
Metalloxide	Säuren
Fette und organische Lösungsmittel	Spülmittel- und Sodalösung
Fette, Harze, Öle	Heiße Natronlauge

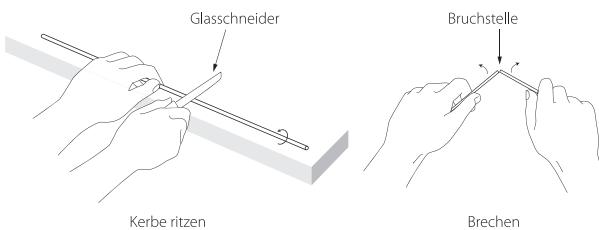


Abb. 1.2 Glasrohr schneiden.

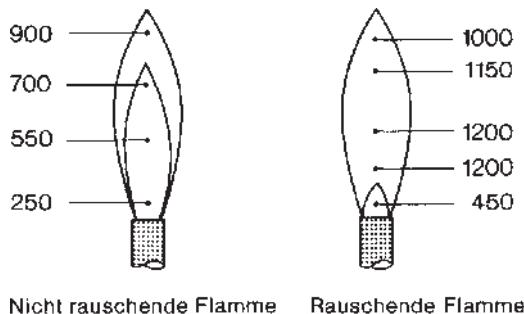


Abb. 1.3 Temperaturzonen in der Flamme.

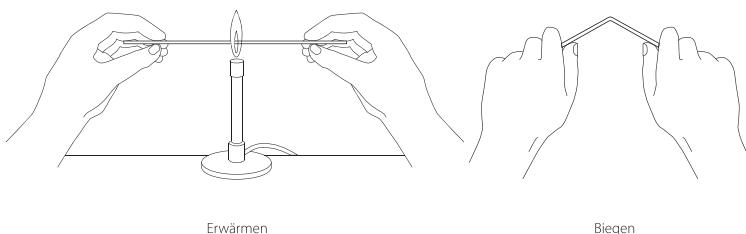
Aufgaben

- Zählen Sie sechs Gefahrensymbole auf.
- Nennen Sie für jedes Gefahrensymbol einen Gefahrstoff oder ein Laborreagenz, das mit diesem Gefahrensymbol gekennzeichnet werden muss.
- Welche Erste-Hilfe-Maßnahmen sind zu leisten:
 - Bei Verätzungen durch verschluckte Säuren und Laugen?
 - Bei inneren Vergiftungen?
 - Beim Einatmen ätzender Dämpfe?
 - Bei Brand- und Schnittwunden?
- Informieren Sie sich über das Entsorgungskonzept Ihres Labors, die Eigenschaften folgender Gefahrstoffe (H-, P-Sätze) und geben Sie an, wie folgende Reste im Labor zu entsorgen sind:

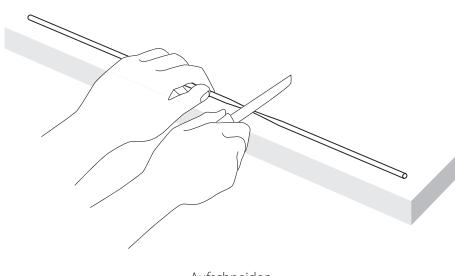
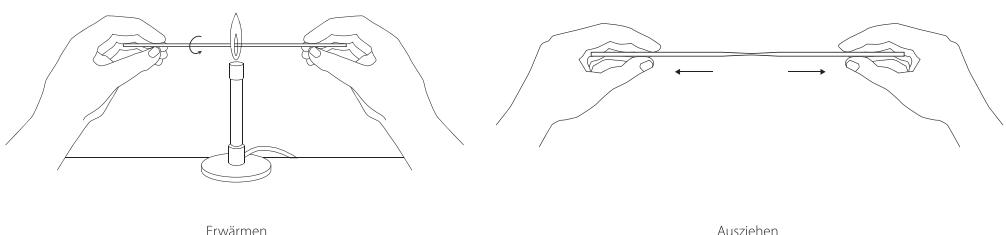
• Iodhaltiges <i>n</i> -Hexan	• Blei-II-nitratlösung	• 25 mL Benzol
• Schwefelsaure	• Quecksilbernitrat-	• Kaliumdichromat
Eisen-II-sulfatlösung	lösung	
- Geben Sie je ein Laborgerät an, das zur Durchführung folgender Arbeiten geeignet ist:

• Aufheizen einer Salzlösung	• Kühlen einer Flüssigkeit
• Trocknen eines Feststoffes	• Evakuieren eines Kolbens

1. Glasrohr biegen



2. Pipette ziehen

**Abb. 1.4** Glasbearbeitung im Labor.

1.4.4

Arbeitsplatzerkundung im Labor: erster Praktikumstag

Vor dem ersten Versuch ist es wichtig, eine Labor- und Arbeitsplatzerkundung durchzuführen.

Beantworten Sie sich die folgenden Fragen:

- Wo befinden sich Not-Aus-Schalter, Löschdecke, Feuerlöscher, Erste-Hilfe-Kästen, Augen- und Personendusche?

- Was bedeuten GHS, Warnhinweise und H-/P-Sätze? Wie entsorgt man Gefahrstoffe?
- Was gehört zur persönlichen Grundausrüstung im Labor?

Versuch 1.1 Der Bunsenbrenner

Sicherheit:

Informieren Sie sich beim Lehrer über Sicherheitsvorschriften und -einrichtungen im Labor.

Geräte:

Stellen Sie in Arbeitsgruppen im Labor folgende Geräte zusammen (Standorte merken!) Sie werden diese Geräte für die folgenden Versuche benötigen. Am Ende des Labortages sind sie zu reinigen und wieder zurückzuräumen!

- | | | |
|---|--|---|
| <input checked="" type="checkbox"/> Bunsenbrenner | <input checked="" type="checkbox"/> Becherglas | <input checked="" type="checkbox"/> Tropfpipette |
| <input checked="" type="checkbox"/> Filter | <input checked="" type="checkbox"/> Thermometer | <input checked="" type="checkbox"/> Trichter |
| <input checked="" type="checkbox"/> Waage | <input checked="" type="checkbox"/> Messzylinder | <input checked="" type="checkbox"/> Abdampfschale |
| <input checked="" type="checkbox"/> Reagenzgläser und Reagenzglasständer | <input checked="" type="checkbox"/> Stativ mit Muffe und Klammer | <input checked="" type="checkbox"/> Drei- oder Vierfuß mit Cieranplatte |
| <input checked="" type="checkbox"/> Magnesiarinne und -stäbchen | | |
| <input checked="" type="checkbox"/> Kanister zur Entsorgung von Chemie-Abfällen | | |

Durchführung:

- 1) Zerlegen und untersuchen Sie den Bunsenbrenner. Skizzieren Sie ihn und beschreiben Sie seine Funktionsweise.
- 2) Bauen Sie den Bunsenbrenner wieder zusammen, entzünden Sie das Gas bei leicht geöffneter Gaszufuhr und geschlossener Luftzufuhr. Wie ändert sich die Flamme, wenn Sie die Luftzufuhr langsam immer weiter öffnen?
- 3) Suchen Sie mit dem Magnesiastäbchen die heißeste Stelle in der Brennerflamme. Wo glüht es zuerst?

Versuch 1.2 Erste Glasarbeiten

Sicherheit und Geräte siehe Versuch 1.1.

Durchführung:

- 1) Schneiden Sie von einem Glasrohr (Meterware) ein etwa 10 bis 15 cm langes Glasrohrstück zurecht.
- 2) Schmelzen Sie die Glaskanten zur Vermeidung von Verletzungen in der Oxidationsflamme des Brenners rund und lassen Sie sie abkühlen.

- 3) Erhitzen Sie das Glasrohrstück entsprechend der folgenden Hinweise in der Mitte, bis es weich wird. Biegen Sie es zu einem Winkel von 90 °C.
 - 4) Ziehen Sie das so gefertigte Gasableitungsrohr an einem Ende zur Spitzte oder auch zur Kapillare aus.

1.4.5

Gefahrstoffe im Chemielabor

Bei allen Versuchen mit Gefahrstoffen im Labor müssen Sie sich vor Versuchsbeginn über möglicherweise auftretende Gefahren und zu treffende Sicherheitsmaßnahmen informieren! Erst dann darf mit Gefahrstoffen gearbeitet werden! Versuch 1.3 zeigt, dass beim Arbeiten mit Gefahrstoffen z. B. unvermittelt Gase entstehen und zu Säurespritzern führen können: Hier soll geübt werden, wie man gefährliche Säurespritzer vermeiden kann. Versuch 1.4 verdeutlicht, wie leicht es schon durch unsichtbare Gase oder ungespülte Reagenzgläser zur Verunreinigung von Reagenzien kommen kann. Versuche 1.5 bis 1.8 leiten dazu an, mit Chemieabfällen fachgerecht umzugehen (Recycling, Entgiftung und Neutralisation).

Versuch 1.3 Mischen im Reagenzglas unter Vermeidung von Säurespritzen

Sicherheit:

Lösungen vermischt man im Reagenzglas durch vorsichtiges Schütteln oder mit Hilfe eines Glasstabes, der auf und ab bewegt wird. Schütteln Sie niemals mit Stopfen oder gar Daumen auf dem Reagenzglas!

Geräte: Tropfpipetten Zwei Reagenzgläser
 Glassstab

Stoffe: Essigsäure Einige Tropfen Methylrot
(ebenfalls $c \approx 2 \text{ mol/L}$)
 Wässrige Natronlösung (Natriumhydrogencarbonat, $c \approx 2 \text{ mol/L}$)

Durchführung:

- 1) Befüllen Sie ein Reagenzglas mit der Pipette zu etwa einem Viertel mit der Natronlösung.
 - 2) Fügen Sie mit einer 2. Pipette ca. 3 Tropfen Methylrot zu und schütteln Sie das Glas leicht (Vermischung).
 - 3) Geben Sie nun vorsichtig portionsweise so lange Essigsäure hinzu, bis die Farbe von gelb nach rot umschlägt.

Auswertung:

Beim Farbumschlag sind gleiche Stoffmengen an Säure und Base (Natron) in der Lösung. Sie reagieren miteinander zu einem Gas, so dass die Lösung bei unvorsichtigem Zusammengießen und bei zu schneller Vermischung verspritzen kann.

Versuch 1.4 Bedeutung der Reinheit von Laborgefäßen**Sicherheit:**

Vorsicht bei Durchführung a: Beim Zugießen entsteht ein braunes, giftiges Gas! Keinesfalls einatmen! Unter dem Abzug arbeiten!

Geräte: Reagenzgläser Pipetten
 Kleine Bechergläser (z. B. 25 oder 50 mL)

Stoffe: Salzsäure ($c \approx 1 \text{ mol/L}$) Stärkelösung
 Kaliumiodidlösung Ethanolische Phenolphthaleinlösung
 (KI, ca. 1%ig)
 Basische Sodalösung Natriumnitrit (fest)
 ($c \approx 1 \text{ mol/L}$)

Vorbereitung:

Geben Sie 10 mL Salzsäure, 1 mL Stärkelösung und drei Tropfen KI-Lösung in ein Reagenzglas.

Durchführung a:

- 1) Geben Sie eine Spatelspitze festes Natriumnitrit in ein kleines Becherglas.
- 2) Gießen Sie unter dem Abzug vorsichtig und nicht zu hastig die vorbereitete salzaure Iodid-Stärke-Lösung hinter der Abzugscheibe hinzu.
- 3) Beobachten Sie während des Gießvorganges die Färbung der Reagenzlösungen.

Auswertung und Entsorgung:

Beim Gießvorgang entsteht, oft stürmisch, das braune Giftgas Stickstoffdioxid (NO_2). Es dringt in das Reagenzglas ein und bewirkt eine Iodausscheidung der Restlösung im Reagenzglas (Blaufärbung: Iodstärke). Sie wird durch das Gas verunreinigt.

Durchführung b:

Üben Sie anschließend die Entnahme von Flüssigkeiten ohne eine Verunreinigung zu verursachen.

- 1) Geben Sie einige Tropfen ethanolische Phenolphthaleinlösung in ein Reagenzglas.
- 2) Gießen Sie diese nun von dort in ein Becherglas.
- 3) Geben Sie anschließend ca. 2–5 mL basische Sodalösung in das soeben benutzte Reagenzglas.

Auswertung und Entsorgung:

Versuche können durch Verwenden ungespülter Reagenzgläser gründlich misslingen! Auch die Nichtbeachtung gasförmiger Reaktionsprodukte kann dazu führen!

Zu gasentwickelnden Stoffen darf eine Chemikalie niemals direkt aus der Vorratsflasche zugefügt werden. Verwenden Sie deshalb eine Pipette oder füllen Sie zuvor die voraussichtlich benötigte Menge in ein kleines Reagenz- oder Becherglas ab, um erst aus diesem etwas zur Substanz fließen zu lassen!

Bei der Arbeit im Chemielabor ist Sauberkeit von größter Bedeutung!

Versuch 1.5 Recycling von Chemikalien am Beispiel eines Kupfersalzes

Geräte:	<input checked="" type="checkbox"/> 250-mL-Becherglas	<input checked="" type="checkbox"/> Zwei 50-mL-Bechergläser
	<input checked="" type="checkbox"/> Filtergestell mit Trichter	<input checked="" type="checkbox"/> Filterpapier
	<input checked="" type="checkbox"/> Uhrglas und Pipette	<input checked="" type="checkbox"/> Bunsenbrenner
	<input checked="" type="checkbox"/> Vierfuß mit Ceranplatte	<input checked="" type="checkbox"/> Kristallisierschale (Porzellan)
	<input checked="" type="checkbox"/> Siedesteinchen	<input checked="" type="checkbox"/> Glasstab und Spatel
	<input checked="" type="checkbox"/> Föhn oder Trockenschrank	<input checked="" type="checkbox"/> 2 kleine Vorratsfläschchen

Stoffe:	<input checked="" type="checkbox"/> Kupfer-II-sulfat-pentahydrat	<input checked="" type="checkbox"/> Natriumcarbonat (Soda)
	<input checked="" type="checkbox"/> Natriumhydroxid (Ätznatron)	<input checked="" type="checkbox"/> Destilliertes Wasser
	<input checked="" type="checkbox"/> Schwefelsäure (H_2SO_4 , etwa 30–50%ig)	

Vorbereitung:

- 1) Lösen Sie in einem der 50-mL-Bechergläser 2–3 Spatel Kupfersulfat in etwa 20–30 mL Wasser.
- 2) Lösen Sie in dem anderen Becherglas vorsichtig 4–5 Spatel Soda Pulver und 1–2 „Plätzchen“ Ätznatron in 30–40 mL Wasser (auf Vierfuß mit Ceranplatte, mit kleiner Brennerflamme auf etwa +40 °C erwärmen, rühren!).

Durchführung:

- 1) Geben Sie ca. 50 mL Kupfersulfatlösung (als Beispiel für eine schwermetallhaltige Lösung) in ein 250-mL-Becherglas und erwärmen Sie auf etwa +40 °C.

- 2) Versetzen Sie die Lösung unter Rühren mit einem Überschuss an Sodalösung, bis ein blaugrüner Niederschlag entsteht.
- 3) Lassen Sie den Niederschlag unten absitzen und prüfen Sie durch erneute Zugabe von etwas Sodalösung, ob die Lösung nun frei von Kupfersalzen ist (bei Trübung oder erneutem Niederschlag ist erneut Sodalösung hinzuzufügen).
- 4) Filtern Sie die Aufschämmung des Niederschlages (Abb. 1.5) und waschen Sie ihn durch Übergießen mit etwas Wasser.
- 5) Trocknen Sie den filtrierten Niederschlag bei ca. 105 °C im Trockenschrank oder vorsichtig mit einem Föhn. Der so gewonnene Filterrückstand könnte im Abfallbehälter „Schwermetallsalze, fest“ entsorgt werden. Zur Wiederverwendung bringen Sie ihn jedoch auf ein Uhrglas oder in eine Kristallisierschale.
- 6) Lassen Sie aus der Pipette vorsichtig Schwefelsäure zutropfen (Vorsicht, möglicherweise heftige Gasentwicklung!), bis sich der Feststoff ganz löst.
- 7) Füllen Sie die Lösung in ein Vorratsfläschchen, das bis zur Wiederverwendung im Labor mit „Kupfersulfatlösung, schwefelsauer“ und den entsprechenden Gefahrenhinweisen und R-/S-Sätzen zu beschriften ist.
- 8) Bewahren Sie auch die restliche Sodalösung (das Filtrat), sofern frei von Kupfersalzresten, in einem zweiten, ebenfalls korrekt beschrifteten Vorratsfläschchen auf („Sodalösung, basisch“, R-/S-Sätze) oder setzen Sie die Lösung im Labor zur Neutralisation saurer Säure-Base-Abfälle ein.

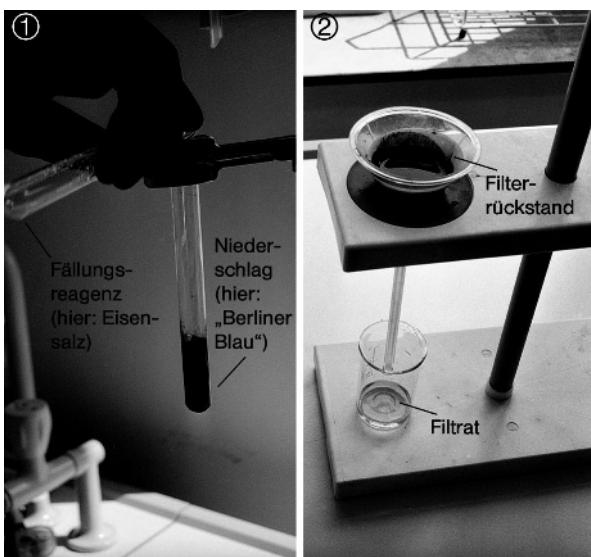


Abb. 1.5 Ausfällung und Filtration von Niederschlägen.

Auswertung:

Natriumcarbonat und Kupfersulfat bilden in Lösung einen blaugrünen Niederschlag (Kupfer-II-carbonat mit etwas Kupfer-II-hydroxid) und löslichem Natriumsulfat. Der Niederschlag reagiert mit einem Überschuss an Schwefelsäure wieder vollständig zu Kupfersulfatlösung zurück. Das im Natriumcarbonat ursprünglich an das Natriumion gebundene Carbonat entweicht dabei als „Kohlensäuregas“ (Kohlendioxid).

Versuch 1.6 Neutralisation von Säure-Base-Abfällen

Geräte: Pipetten Drei 100-mL-Bechergläser
 Messzylinder Glasstab
 Universalindikatorpapier (UIP)

Stoffe: Basische Sodalösung Salzsäure (ca. 1%ig)
(ca. 1%ig)

Durchführung:

- 1) Geben Sie ca. 20 mL Salzsäure in ein Becherglas. Tauchen Sie einen Glasstab in die Säure und führen Sie einen Tropfen auf das Universalindikatorpapier (UIP).
- 2) In ein zweites Becherglas werden ca. 20 mL basische Sodalösung gegeben. Tauchen Sie einen Glasstab in die Lauge und führen Sie einen Tropfen auf das UIP.
- 3) Gießen Sie beide Lösungen portionsweise in einem größeren Becherglas zusammen und messen Sie in Abständen mit dem UIP den pH-Wert. Dosieren Sie die mit dem Messzylinder abgemessenen Flüssigkeits-Volumina so, dass das UIP am Ende bei der pH-Wert-Messung eine grüne Färbung annimmt (pH-Wert 7).
- 4) Entsorgen Sie die so neutralisierte Lösung im Ausguss.

Versuch 1.7 Entgiftung von Schwermetallabfällen durch Ausfällung**Sicherheit:**

Achtung: Wasserlösliche Schwermetallsalze sind giftig und gefährden die Umwelt! Sulfidlösungen dürfen niemals unbedacht angesäuert werden, da sonst hochgiftiges Schwefelwasserstoffgas entstehen kann.

- Geräte:**
- Bunsenbrenner
 - Je zwei 250-mL- und 50-mL-Bechergläser
 - Tropfpipetten
 - Glasstab
 - 100-mL-PE-Tropfflasche
 - Vierfuß mit Ceranplatte
 - Filtriergestell mit Analysentrichter und Filterpapier
 - Spatel
 - Reagenzglas

- Stoffe:**
- Natriumsulfidlösung ($c \approx 0,1 \text{ mol/L}$)
 - Ammoniumacetat (fest)
 - Natronlauge oder basische Sodalösung ($c \approx 2 \text{ mol/L}$)
 - Kupfer-, Zink-, Cobalt- und/ oder Nickel-II-sulfatlösung, jeweils $c \approx 0,1 \text{ mol/L}$ (als Beispiele für zu entgiftende Schwermetalllösungen)
 - Wasserstoffperoxidlösung (3%ig und 30%ig)
 - Kaliumiodidlösung (ca. 1%ig)
 - Stärke

Vorbereitung:

Planen Sie die folgende Versuchsdurchführung in Ruhe und überlegen Sie anhand des Textes:

- Welche Geräte sind bei den einzelnen Arbeitsschritten einzusetzen?
- Welche Chemikalie entgiftet jeweils welchen Stoff oder weist ihn durch Farbumschlag nach?

Durchführung:

- 1) In einem 250-mL-Becherglas werden 2–3 Spatel Stärke mit rund 100 mL dest. Wasser versetzt und unter Rühren erwärmt, bis die milchige Trübung verschwunden ist. Füllen Sie die Lösung in eine mit „Stärkelösung“ und Datum beschriftete PE-Tropfflasche (sie ist nur einige Wochen haltbar).
- 2) 1 mL der Stärkelösung wird in einem Reagenzglas mit 10 Tropfen Kaliumiodidlösung versetzt: Bei Zugabe einiger Tropfen Wasserstoffperoxidlösung färbt sich diese Lösung blau (Nachweis für Wasserstoffperoxid).
- 3) Versetzen Sie die zu entgiftende Schwermetalllösung bis zur beginnenden Trübung portionsweise mit etwas Natronlauge oder Sodalösung und anschließend mit Natriumsulfidlösung im Überschuss: Es entsteht ein schwarzer oder bei Verwendung reiner Zinklösung weißer Niederschlag.
- 4) Lassen Sie den Niederschlag absitzen und prüfen Sie durch erneute Zugabe von etwas Natriumsulfidlösung, ob die Lösung nun frei von Schwermetallsalzen ist (bei Trübung oder erneutem Niederschlag ist erneut mehr Sulfidlösung hinzuzufügen).
- 5) Die Aufschämmung wird nun filtriert und der Filterrückstand (der Niederschlag im Filter) durch Übergießen mit etwas Wasser gewaschen. Wenn das

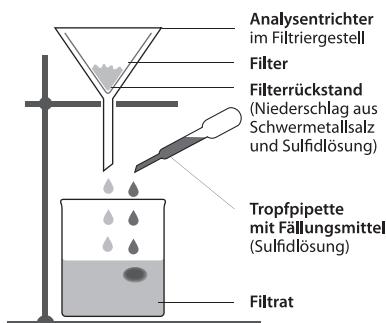


Abb. 1.6 Überprüfung des Filtrates auf Vollständigkeit der Fällung.

Filtrat noch braun sein sollte, ist es unter Zugabe von 1 Spatel Ammoniumacetat aufzukochen und erneut zu filtrieren.

- 6) Prüfen Sie das Filtrat durch erneute Zugabe einiger Tropfen Sulfidlösung auf Vollständigkeit der Schwermetallsalzausfällung (Abb. 1.6): Wenn kein neuer Niederschlag entsteht, ist die Lösung frei von Schwermetallsalzen.

Wenn das Filtrat nun frei von Schwermetallen ist, geben Sie 30%ige Wasserstoffperoxidlösung (H_2O_2) hinzu. Wenn genug H_2O_2 mit der durch Wasserstoffperoxid blau gefärbten Iod-Stärke-Lösung zugegeben wurde, darf sich das Filtrat bei Zugabe von Iodid- und Stärkelösung nicht mehr entfärben, was ein Nachweis für die Anwesenheit von H_2O_2 und somit für die Abwesenheit von Sulfid ist.

Auswertung und Entsorgung:

Schwermetallsalze sind in Gegenwart von Soda- oder Natronlauge-Überschuss ($pH > 7$) mit Natriumsulfidlösung in wasserunlösliche Schwermetallsulfide zu überführen (Formeln: CuS , ZnS , CoS , NiS). Der so gewonnene Filterrückstand kann dann im Abfallbehälter „Schwermetallsalze, fest“ entsorgt werden.

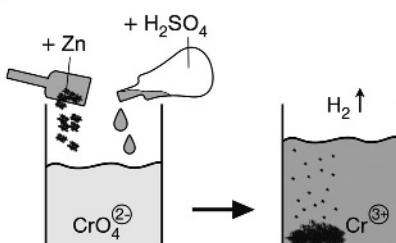
Überschüssiges Natriumsulfid ist ebenfalls toxisch, da es mit Säuren zu hochgiftigem Schwefelwasserstoff reagieren kann. Mit Sulfiden ist daher grundsätzlich im pH-Bereich über 7 zu arbeiten, es sei denn, die Versuchsvorschrift gibt ausdrücklich anderes vor! Natriumsulfidlösung wird durch Zusatz des Oxidationsmittels Wasserstoffperoxidlösung im Überschuss entgiftet: Das Reagenz wandelt das giftige Sulfid (Formel: S^{2-}) in ungiftiges Sulfat (SO_4^{2-}) um. Dabei entsteht das unschädliche Salz Natriumsulfat (Glaubersalz). Dieses darf, sofern schwermetallfrei und neutralisiert, im Ausguss entsorgt werden.

Versuch 1.8 Entgiftung von Gefahrstoffresten am Beispiel von Chromaten

Sicherheit:

Achtung: Chromate und Dichromate sind Chrom-VI-Verbindungen und somit stark krebsverursachende Problemabfälle im Chemielabor: Sie dürfen keinesfalls in die Umwelt gelangen!

a)



b)

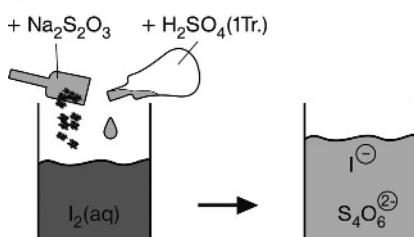


Abb. 1.7 Chromat- und Iodabfälle vor und nach der Sonderbehandlung.

Geräte: Pipetten
 Reagenzglasständer

Zwei Reagenzgläser
 Spatel

Stoffe: Natriumthiosulfatlösung
 (Fixiersalz, $c \approx 2 \text{ mol/L}$)
 Eisenpulver (ersatzweise
 auch Zink, Aluminium oder
 Magnesium)

Kaliumchromatlösung
 ($c \approx 0,1 \text{ mol/L}$)
 Schwefelsäure ($w \approx 10\%$)

Durchführung:

- 1) Geben Sie einige mL gelbe Chromatlösung in ein Reagenzglas.
- 2) Geben Sie nun ein annähernd gleiches Volumen Schwefelsäure sowie einige Spatelspitzen Eisen-, Aluminium- oder Zinkpulver hinzu.
- 3) Lassen Sie das Gemisch einige Minuten stehen und beobachten Sie den Verlauf der Stoffumsetzung bis zum Farbumschlag (Abb. 1.7).
- 4) Ist bis zum Ende der Gasbildung kein Farbumschlag erfolgt, geben Sie erneut einige mL Säure und einen Spatel Metallpulver hinzu.
- 5) Geben Sie etwa 2 mL Kaliumchromatlösung in ein Reagenzglas und versetzen Sie die Lösung mit der doppelten Menge Fixiersalzlösung sowie Schwefelsäure bis $\text{pH} < 5$.

Auswertung und Entsorgung:

Alle *Chromat- und Dichromatabfälle* sind gesondert zu sammeln und mit Säure und einem unedlen Metall zu behandeln. Erst wenn sich die Lösung durch Einwirkung von Entgiftungsmitteln nach geraumer Zeit grün gefärbt hat, kann sie im Abfallbehälter „Schwermetallabfälle, flüssig“ entsorgt werden.

Säuren reagieren mit unedlen Metallen u. a. zu Wasserstoffgas nach dem Reaktionsschema:



Frisch entstehendes Wasserstoffgas ist sehr reaktionsfreudig: Es kann mit Chromaten (Formel: CrO_4^{2-} , gelb) und Dichromaten ($\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$, orange) zu weniger giftigen Chrom-III-salzen (Cr^{3+} , grün) reagieren. Diese Reaktion entgiftet Chromate und Dichromate. Chromat kann alternativ auch mit *Fixiersalzlösung* (Natriumthiosulfat, $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$) behandelt werden. Sie wandelt bei Säurezugabe die krebsverregenden Chrom-VI-Verbindungen (Chromate und Dichromate) ebenfalls in Chrom-III-salze um. Vorteil: Hierbei entsteht kein Wasserstoffgas als Nebenprodukt. Zum Ansäuern sollte hier Schwefelsäure eingesetzt werden, da Salzsäure mit Chrom-VI-Verbindungen u. U. zu Chlorgas reagieren kann.

Versuch 1.9 Entgiftung von Halogenresten am Beispiel von Iod

Geräte: Reagenzgläser Pipetten

Stoffe: Natriumthiosulfatlösung
(Fixiersalz, $c \approx 2 \text{ mol/L}$) Iod- oder Iodstärkelösung
(aus Versuch 1.4 oder 1.7)

Durchführung:

Geben Sie etwas Iod-Stärke-Lösung in ein Reagenzglas. Fügen Sie Fixiersalzlösung bis zur Entfärbung hinzu (Abb. 1.7).

Auswertung und Entsorgung:

Iod gehört zur Stoffgruppe der Halogene, ebenso wie Chlor und Brom. Halogene sind flüchtig, farbig und extrem reaktionsfreudig. Diese Gefahrstoffe ätzen Haut an, insbesondere Schleimhäute. Sie wirken daher reizend bis toxisch. Fixiersalz entgiftet auch Halogene. Es entstehen umweltverträglichere, salzartige Halogenide (Chloride, Bromide und Iodide). Diese dürfen, sofern schwermetallfrei und neutralisiert, im Ausguss entsorgt werden.

