



Laborgeräte 4

Neulich im Labor: „Gib mir mal bitte das Dings da... Nein, nicht das. Das andere da, aus Glas, das so dick ist in der Mitte und keine Striche hat.“ Manchmal muss man die Dinge einfach beim Namen nennen (können). Das gilt ganz besonders für die Laborgeräte, sonst ist das Arbeiten im Labor unmöglich.

Auch die Wahl der richtigen Geräte ist für die korrekte Durchführung einer Analyse essentiell. Sonst stimmt am Ende das Ergebnis nicht, auch wenn man sich noch so viel Mühe gegeben hat. Wählt man z. B. die falsche Waage, dann wäre das, als ob man eine Körperwaage verwenden würde, um die Zutaten für einen Kuchen abzuwiegen. Das Ergebnis wird vermutlich nicht gut schmecken.

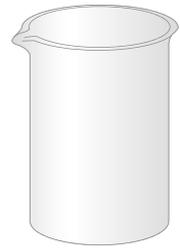
Um Beschreibungen von Experimenten und Untersuchungen verstehen zu können, müssen Experimentierende wissen, wie die entsprechenden Laborgeräte aussehen und wie man richtig mit ihnen umgeht. Da PTA in der Lage sein müssen, selbst die richtigen Laborgeräte für ein bestimmtes Experiment auszuwählen, ist es folglich wichtig, auch deren Verwendung und Funktionsweise zu kennen.

4.1 Wichtige Laborgeräte

4.1.1 Die wichtigsten Glasgeräte und ihre Verwendung

Viele Laborgeräte zählen zu den Glasgeräten. Sie bestehen aus besonders chemikalienresistentem und stabilem Laborglas:

- Ein **Becherglas** wird für sehr viele Aufgaben verwendet, man kann z. B. Flüssigkeiten darin erhitzen oder verschiedene Flüssigkeiten zusammengiessen. Meist haben Bechergläser eine grobe Skalierung und eine Ausgusshilfe oben am Rand.
- **Erlenmeyerkolben** haben eine Art Kegelform mit einem engeren Hals. Ihre Verwendung im Labor ist so vielfältig wie bei einem Becherglas. Der Vorteil besteht darin, dass Flüssigkeiten durch den schmaleren Hals weniger austreten, z. B. beim Rühren oder Schwenken.
- Ein **Glasstab** wird zum Umrühren von Flüssigkeiten im Labor verwendet. Er kann auch einen Siedeverzug verhindern, wenn er beim Erhitzen einer Flüssigkeit über dem Bunsenbrenner in das Becherglas gestellt wird.



- **Messkolben** sind bauchige Gefäße mit einem langen, dünnen Hals. Sie haben oben einen normierten Schliff, sodass sie durch Schliffstopfen abgedichtet werden können. Sie sind auf ein bestimmtes Volumen geeicht und dienen dem Herstellen von Lösungen mit einer definierten Konzentration (►Kap. 4.3 und ►Kap. 10.1.8).



- **Messpipetten** gibt es in verschiedenen Größen. Sie besitzen eine Skalierung, die es erlaubt, definierte Flüssigkeitsmengen abzumessen (►Kap. 4.3).



- **Messzylinder** gibt es in vielen verschiedenen Größen. Es sind hohe Zylinder, die mit einer Skala versehen sind, um bestimmte Volumina abzumessen. Im chemischen Labor bestehen sie meist aus Glas und haben einen Standfuß, damit sie sicher stehen (►Kap. 4.3).



- **Pipetten** eignen sich zum Entnehmen und Dosieren von Flüssigkeiten. Sie laufen nach vorne spitz zu. Glaspipetten sind hinten offen und man benötigt eine Art Gummiballon, um die Flüssigkeit anzusaugen. Plastikpipetten bestehen aus einem Teil und das Röhrchen ist meist grob skaliert (►Kap. 4.3).



- **Reagenzgläser** werden im Labor dazu verwendet, chemische Reaktionen darin ablaufen zu lassen oder kleine Flüssigkeitsmengen während eines Experiments aufzubewahren.



- **Rundkolben** gibt es in sehr verschiedenen Größen. Sie bestehen aus sehr stabilem Glas und können auch unter Vakuum gesetzt werden. Sie besitzen oben meist einen normierten Schliff, durch den sie luftdicht mit anderen Laborgeräten verbunden oder durch Schliffstopfen verschlossen werden können. Sie spielen in der Apotheke eine untergeordnete Rolle.



- **Trichter** bestehen im Labor meist aus Glas, wodurch sie nicht mit Chemikalien reagieren und gut abwaschbar sind. Sie helfen beim Einfüllen von Feststoffen oder Flüssigkeiten in Gefäße mit engerem Hals.



- **Thermometer** gibt es für verschiedene Temperaturbereiche. Im Labor werden üblicherweise Flüssigkeitsthermometer verwendet, d. h., man kann die Temperatur anhand der Ausdehnung der Flüssigkeit in einem skalierten Röhrchen ablesen. Die früher verwendeten Quecksilberthermometer (silberne Flüssigkeit) wurden meist schon gegen Ethanolthermometer (rote oder blaue Flüssigkeit) ausgetauscht (► Kap. 8.5).



- **Uhrgläser** sind runde, leicht gewölbte Glasscheiben. Man kann darin kleine Flüssigkeitsmengen verdampfen lassen oder sie zum Abdecken von Bechergläsern verwenden.



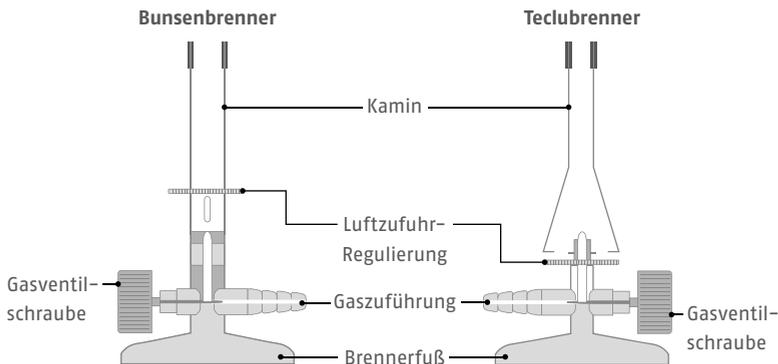
- **Vollpipetten** gibt es in verschiedenen Größen. Sie sind jeweils auf ein bestimmtes Volumen geeicht: Man kann nur diese Flüssigkeitsmenge damit abmessen (► Kap. 4.3).



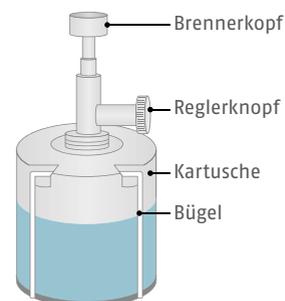
4.1.2 Sonstige Laborgeräte und ihre Verwendung

Neben Glasgeräten gibt es aber auch zahlreiche andere Hilfsmittel, die im chemischen Praktikum in der Ausbildung und im Labor in der Apotheke verwendet werden:

- In einer **Abdampfschale** kann man Lösungen erhitzen, um die Flüssigkeit verdampfen zu lassen. Sie bestehen üblicherweise aus Porzellan oder Keramik. Sie sind deutlich dünner als Reibschalen und haben eine glatte Oberfläche.
- Ein **Dreifuß** wird zum Erhitzen von Abdampfschalen, Bechergläsern oder anderen Laborgeräten verwendet. Dabei wird ein Bunsenbrenner darunter gestellt. Einige Dreifüße haben oben bereits ein Drahtnetz, auf das man die Laborgeräte stellen kann. Auf andere muss man dazu zunächst ein Drahtnetz oder ein Tondreieck auf den Dreifuß legen.
- Ein **Bunsenbrenner/Teclubrenner** wird dazu verwendet, Stoffproben oder Flüssigkeiten zu erhitzen. Durch die Verbrennung von Gas entsteht je nach Sauerstoffzufuhr eine rauschende oder leuchtende Flamme. Unten wird über einen Schlauch das Gas zugeführt. Der Brenner steht auf einem stabilen Fuß.



- **Gasbrenner mit einer Gaskartusche** werden in manchen Laboren auch verwendet. Sie haben keinen Schlauch für die Gaszufuhr, sondern verbrennen das Gas aus einer bauchigen Kartusche.



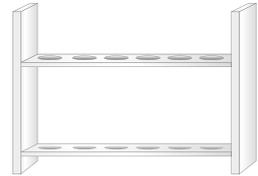
- Mithilfe einer **Pinzette** können kleine Gegenstände gegriffen werden. Sie bestehen meist aus Metall.



- **Reagenzglashalter** ähneln einer Wäscheklammer mit einem längeren Griff. So können Reagenzgläser gehalten werden, ohne sie direkt anzufassen. Oft werden sie verwendet, um Flüssigkeiten in Reagenzgläsern in der Brennerflamme zu erhitzen.



- In einem **Reagenzglasständer** können Reagenzgläser abgestellt werden. So können sie befüllt werden, ohne dass Chemikalien auf die Hände gelangen. Versuchslösungen können auch darin während der Experimente stehen gelassen werden. Bei Bedarf sind sie mit einem Gummistopfen zu verschließen.



- **Reibschalen mit Pistill** dienen der Zerkleinerung von Feststoffen. Die Reibschale ist eine massive Porzellanschale mit einer angerauten Oberfläche. Die kugelförmige Verdickung des Pistills ist ebenfalls angeraut, sodass die Reibung vergrößert wird. Durch kreisende Bewegungen mit leichtem Druck können so sehr kleine Teilchengrößen erreicht werden.



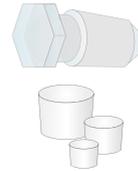
- Ein **Spatel** im Chemielabor besteht aus Metall und kann verschiedene Formen und Größen haben. Er wird meist dazu verwendet, Feststoffe zu entnehmen und zu überführen, z. B. beim Abwiegen. Man kann damit auch Stoffe abkratzen oder zerkleinern. Allerdings sollte er nicht zum Umrühren verwendet werden, weil das Metall von einigen chemischen Lösungen angegriffen wird.



- **Spatellöffel** haben auf der einen Seite eine Art Löffel, der es erlaubt, größere Mengen eines Feststoffs zu entnehmen.



- In **Spritzflaschen** werden Flüssigkeiten aufbewahrt, die man über das dünne Röhrchen präzise einbringen kann. Dazu muss man nur die Plastikflasche zusammendrücken. Üblicherweise befindet sich im Chemielabor Wasser darin, das beispielsweise beim Spülen der Glasgeräte zum Einsatz kommt. Es kann aber auch Isopropanol zum Desinfizieren von Oberflächen darin aufbewahrt werden.
- Ein **Stativ** besitzt einen festen Standfuß und eine senkrecht stehende Metallstange. An dieser können **Muffen** und **Klammern** angebracht werden, um andere Laborgeräte daran zu befestigen.
- **Stopfen** gibt es aus Plastik, Glas und Gummi. Es gibt sie in verschiedenen Größen. Sie dienen dem luftdichten Verschließen von Reagenzgläsern, Schliffkolben oder Messkolben. Gummistopfen gibt es auch mit einem Loch in der Mitte, durch das ein Glasrohr geschoben werden kann.
- **Tiegelzangen** bestehen aus Metall und werden ähnlich wie Scheren gehalten. Zwischen den beiden bauchig auseinanderstehenden Greifern können heiße Laborgeräte gehalten werden. Die vorderen Enden der Tiegelzange schließen wie eine Pinzette und können ebenfalls zum Halten und Bewegen verwendet werden.
- **Wägehilfen** wie **Wägeschiffchen** oder **Wägeschalen** gibt es aus Glas oder Plastik und in ganz verschiedenen Formen. Sie werden verwendet, um Feststoffe abzuwiegen und in andere Gefäße zu überführen. **Wägegläschen** besitzen einen passenden Deckel, der durch die geschliffenen Kontaktflächen dicht abschließt.



4.2 Waagen

Bei den meisten Vorgängen im Labor muss man Substanzen abwiegen. Dabei stehen verschiedene Waagen zur Auswahl: Je nach benötigter Genauigkeit muss die passende Waage verwendet werden.

Heutzutage werden in Apotheken nur noch elektronische Waagen verwendet. Die Anzeige des Ergebnisses erfolgt dabei digital. Manche Waagen lassen sich auch mit dem Computer verbinden, sodass die Ergebnisse zur Dokumentation direkt abgespeichert werden können (► Kap. 2). In der Apotheke werden Waagen der Genauigkeitsklassen I (**Feinwaagen/Analysenwaagen**) und II (**Präzisionswaagen/Rezepturwaagen**) verwendet. Diese müssen gesetzlich vorgeschrieben alle zwei Jahre geeicht werden. Das wird mithilfe einer Eichmarke am Gerät dokumentiert.

Der Standort von Waagen beeinflusst die Genauigkeit der Ergebnisse. Elektronische Waagen sollten daher:

- auf einer antistatischen und antimagnetischen Oberfläche stehen, weil sonst die Messungen nicht mehr genau genug durchgeführt werden können,
- wenig Erschütterungen ausgesetzt sein,
- in einem Raum mit möglichst konstanter Temperatur und Luftfeuchtigkeit stehen,
- während des Wiegens keinen Luftverwirbelungen ausgesetzt sein und
- unverändert stehen bleiben, weil bereits das Verrücken der Waage die Ergebnisse verändern kann.

Vor dem Abwiegen muss überprüft werden, ob die Waage korrekt **ausbalanciert** ist. Durch das Drehen der Stellfüße muss die Luftblase der sogenannten **Libelle** in die Mitte gebracht werden. Weil elektronische Waagen von der Temperatur abhängig sind, haben sie eine bestimmte **Aufwärmzeit**. Sie müssen also eine gewisse Zeit vor der Verwendung angeschaltet werden. Diese Zeit wird vom Hersteller angegeben. Die meisten Geräte **justieren** sich selbst oder können mittels Knopfdruck justiert werden. Dadurch wird sichergestellt, dass die Waage an die Umgebung angepasst ist und diese keinen störenden Einfluss auf die Genauigkeit nimmt. Dann kann mit dem Wägevorgang begonnen werden.



MERKE

Vor dem Abwiegen:

- ausbalancieren
- Aufwärmzeit beachten
- justieren

Weil das abzuwiegende Gut nicht direkt auf dem Wägeteller abgewogen werden darf, muss eine **Wägehilfe**, wie z. B. ein Wägeschiffchen (► Kap. 4.1.2), verwendet werden. Dieses hat natürlich eine eigene Masse. Muss man nur eine Substanz abwiegen, wird meist die **Tara-Funktion** der Waage verwendet: Die Wägehilfe wird aufgelegt und die Anzeige der Waage durch das Drücken der Tara-Taste auf null gestellt. Die Waage zeigt nun lediglich die Masse der abzuwiegenden Substanz an. Je nach Versuchsvorschrift kann es wichtig sein, die Masse der Wägehilfe oder des Gefäßes auch zu notieren.

Wichtige Begriffe

Die Begriffe **Gewicht** und **Masse** werden im Alltag falsch verwendet: Was man im Sprachgebrauch „Gewicht“ nennt, ist physikalisch gesehen die **Masse**. Sie wird üblicherweise in Milligramm, Gramm oder Kilogramm angegeben. Das **Gewicht** ist eigentlich eine Kraft, die auf der Erde durch das Multiplizieren der Masse mit der Erdbeschleunigung berechnet werden kann. Das Gewicht hat die Einheit Newton.

Die **Ablesbarkeit** ist die kleinste an der Waage ablesbare Massendifferenz.

Weil die letzte angezeigte Stelle durch Rundung entsteht, kommt es zu einer Ungenauigkeit. Die **Wägeungenauigkeit** gibt an, um wieviel die angezeigte Masse höchstens von der tatsächlichen Masse abweicht. Je nach geforderter **Genauigkeit** für die Einwaage muss die richtige Waage ausgewählt werden. Die Ph. Eur. definiert die erforderliche Genauigkeit durch die Dezimalstellen (also die Anzahl der Stellen nach dem Komma) bei den Zahlenangaben in den Vorschriften.

MERKE

Nach Ph. Eur. erreicht man eine ausreichende **Wägegenauigkeit**, wenn die Waage eine Dezimalstelle mehr anzeigt als in der Versuchsvorschrift angegeben.



In der Rezeptur in der Apotheke wird verlangt, dass die tatsächliche Einwaage bei Arzneistoffen und Konservierungsstoffen maximal 1 % vom angezeigten Wert abweichen darf. Diese Forderung hat Auswirkungen auf die **Minimaleinwaage**. Diese ist die kleinste Masse, die mit einer Waage bei der jeweils geforderten Genauigkeit gewogen werden kann. Darf man z. B. nur 1 % Fehler beim Abwiegen haben, muss die einzuwiegende Masse mindestens 100-mal so groß sein wie die Wägeungenauigkeit.

Die Eichung gilt nur in einem bestimmten **Wägebereich**, kleinere und größere Massen werden nicht mehr mit der angegebenen Genauigkeit bestimmt. Die **Mindestlast** gibt die untere Grenze des Wägebereichs an. Die **Höchstlast** ist die höchste Masse, die eine Waage maximal bestimmt. Es ist die obere Grenze des Wägebereichs. Mindestlast und Höchstlast werden auf dem Typenschild an der Waage angegeben. Dort befindet sich auch die **Genauigkeitsklasse**.

Beim **Kalibrieren** wird der Messwert, den das Gerät anzeigt, mit dem tatsächlichen Wert verglichen, z. B. durch das Auflegen eines Prüfgewichts. Die Abweichung wird dokumentiert. Ist die Abweichung größer als erlaubt, muss justiert werden.

Beim **Justieren** wird das Messsystem des Geräts verändert, damit der gemessene Wert eine kleinstmögliche Abweichung zum tatsächlichen Wert bekommt. Viele Waagen justieren sich automatisch beim Start oder durch einen Knopfdruck.

Die **Eichung** ist ein Spezialfall der Kalibrierung, der nur von einem Eichbeamten durchgeführt werden darf. Geeicht werden müssen Messgeräte, wenn die Messgenauigkeit im öffentlichen Interesse liegt. Das ist z. B. bei Zapfsäulen an der Tankstelle, bei Waagen im Super-

markt aber auch bei Waagen und Volumenmessgeräten in der Apotheke der Fall. Geeicht werden können nur Geräte, die bei der Zulassung bereits als eichfähig eingestuft wurden.

Beispiele für die Erklärungen siehe ► Kap. 4.2.1.

4.2.1 Feinwaagen/Analysenwaagen

Feinwaagen (◉ Abb. 4.1) bezeichnet man in der Schule oder in der Apotheke üblicherweise als **Analysenwaagen**. Man erkennt sie direkt an dem Gehäuse, das die Wägefläche umgibt. Sie befinden sich insbesondere in Schulen oft in einem eigenen Wägeraum, damit der Luftzug durch Bewegungen im Raum das Ergebnis nicht verfälscht. Zum Einwiegen kön-



◉ **Abb. 4.1** Feinwaage (Analysenwaage)

▣ **Tab. 4.1** Daten einer typischen Analysenwaage

Ablesbarkeit	0,0001 g
Mindestlast	0,01 g
Höchstlast	ca. 120–320 g
Wäageungenaugigkeit	ca. 0,001 g
Ph. Eur.	Dieser Waagentyp ist auszuwählen, wenn für die geforderte Masse mehr als eine Dezimalstelle angegeben ist, z. B. 0,50 g oder 0,500 g.
Rezeptur	Minimaleinwaage (bei 1%iger Fehlertoleranz): 0,1 g

nen links und rechts Schiebetüren geöffnet werden. Um ein genaues Wägeregebnis ablesen zu können, müssen die Türen jedoch geschlossen sein.

Analysenwaagen zeigen das Wägeregebnis meist auf vier Stellen nach dem Komma in Gramm an. Das heißt, sie haben eine Ablesbarkeit von 0,1 mg. Da die letzte angezeigte Stelle durch Rundung entsteht, ist sie ungenau. Das bedeutet, dass man bei einer Masse von 0,0095 g bis 1,0004 g ein Ergebnis von 1,0000 g angezeigt bekommt. Wird also in einer Versuchsvorschrift der Ph. Eur. angegeben, dass 1,000 g eingewogen werden müssen, so erhält man mit der Analysenwaage noch ein ausreichend genaues Ergebnis. Die ■ Tab. 4.1 gibt eine Übersicht über die Daten einer typischen Analysenwaage.

4.2.2 Präzisionswaagen/Rezepturwaagen

Präzisionswaagen (○ Abb. 4.2) werden im pharmazeutischen Umfeld meist **Rezepturwaagen** genannt. Die in der Schule und in der Apotheke verwendeten Waagen zeigen das Wägeregebnis meist auf zwei Dezimalstellen genau in Gramm an. Da die letzte Stelle durch Rundung entsteht, ist sie ungenau. Das bedeutet, dass man bei einer Masse von 2,495 g bis 2,504 g ein Ergebnis von 2,50 g angezeigt bekommt. Wird also in einer Versuchsvorschrift der Ph. Eur. angegeben, dass 2,5 g eingewogen werden müssen, so erhält man mit der Rezepturwaage ein ausreichend genaues Ergebnis. Wird ein genaueres Ergebnis verlangt (wenn also mehr als eine Dezimalstelle vorgegeben ist), muss eine Analysenwaage verwendet werden. Die ■ Tab. 4.2 gibt eine Übersicht über die Daten einer typischen Rezepturwaage.

Im Arzneibuch steht unter Kapitel 1.2.1 „Mengenangaben“:

„Die für Reinheitsprüfungen mit numerischen Grenzwerten und Gehaltsbestimmungen vorgegebene Substanzmenge entspricht der Menge, die bei der Entwicklung des analytischen Verfahrens verwendet wurde. Die tatsächlich verwendete Menge darf höchstens um 10 Prozent von der vorgegebenen Menge abweichen. In jedem Fall muss die Menge genau abgemessen und das Prüfergebnis ausgehend von dieser genau gemessenen Menge berechnet werden.“

Die Ph. Eur. gibt also noch weitere wichtige Hinweise für das Abwiegen von Substanzen. Es würde in der Praxis zu lange dauern, wenn man versuchen würde, bei den vielen durchzuführenden Prüfungen die geforderten Einwaagen exakt zu treffen. Diese Genauigkeit ist im chemischen Labor – im Gegensatz zur Arzneimittelherstellung in der Rezep-



○ **Abb. 4.2** Präzisionswaage (Rezepturwaage)

■ **Tab. 4.2** Daten einer typischen Rezepturwaage

Ablesbarkeit	0,01 g
Mindestlast	0,5 g
Höchstlast	ca. 2000–6000 g
Wägeungengenauigkeit	ca. 0,1 g
Ph. Eur.	Dieser Waagentyp ist auszuwählen, wenn für die geforderte Masse höchstens eine Dezimalstelle angegeben ist, z. B. 2 g oder 1,5 g.
Rezeptur	Minimaleinwaage (bei 1%iger Fehlertoleranz): 10 g

tur – auch gar nicht notwendig. Die Ph. Eur. gibt an, dass eine Abweichung von $\pm 10\%$ von der vorgeschriebenen Substanzmenge akzeptabel ist. Bei einer größeren Abweichung besteht die Gefahr, dass die Vorschrift nicht mehr ausreichend genau funktioniert. Die Berechnungen werden aber mit der tatsächlichen Einwaage durchgeführt.



MERKE

Die tatsächlich eingewogene Masse darf bei den Prüfungen auf Reinheit und Gehalt um $\pm 10\%$ von dem in der Ph. Eur. angegebenen Wert abweichen. Gerechnet wird mit der tatsächlichen Einwaage.

Beispiel: Angaben in der Ph. Eur.

Gibt das Arzneibuch an, dass für eine Prüfung 0,50 g Substanz eingewogen werden müssen, dann kann man daraus zwei Dinge ableiten:

- Aufgrund der geforderten Genauigkeit (durch die Anzahl der Stellen nach dem Komma) muss die Masse auf einer Analysenwaage eingewogen werden.
- Es müssen nicht 0,50 g exakt eingewogen werden, sondern die Einwaage darf eine Abweichung von 10 % haben. Eine Einwaage von 0,450 g bis 0,550 g ist also akzeptabel. Die tatsächliche Einwaage wird notiert und es werden damit die Berechnungen durchgeführt. Das spielt insbesondere bei den Gehaltsbestimmungen eine wichtige Rolle (► Kap. 10).

4.3 Volumenmessgeräte

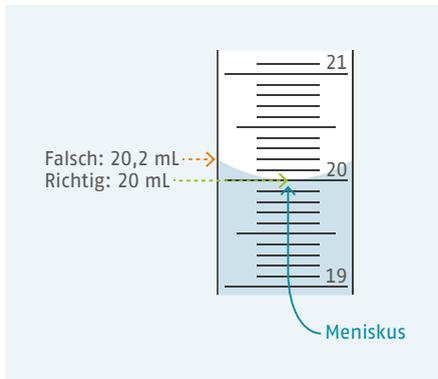
Das Arzneibuch schreibt dazu in Kapitel 1.2:

„Ist bei Volumenangaben die Ziffer nach dem Komma eine Null oder ist die letzte Ziffer nach dem Komma eine Null (zum Beispiel 10,0 oder 0,50 ml), muss das Volumen mithilfe einer Vollpipette, eines Messkolbens oder einer Bürette gemessen werden, je nachdem, was besser geeignet ist. Andernfalls kann ein Messzylinder oder eine Messpipette verwendet werden. [...]“

Zum Abmessen und Überführen von Flüssigkeiten sowie zur Herstellung von Lösungen benötigt man sogenannte **Volumenmessgeräte**. Sie unterscheiden sich erheblich in der Genauigkeit. Welches Gerät für den jeweiligen Versuch verwendet werden muss, steht aber meist nicht in der Vorschrift. Um die richtige Wahl für ein ausreichend genaues Ergebnis zu treffen, ist es deshalb besonders wichtig, die Grenzen und Möglichkeiten der Geräte zu kennen.

Weil sich Glas bei höheren Temperaturen ausdehnt und bei niedrigen Temperaturen zusammenzieht, verändert sich das Volumen und somit die Messgenauigkeit. Es ist daher darauf zu achten, dass Volumenmessgeräte auf eine Temperatur von 20 °C justiert sind, d. h., nur bei dieser Temperatur kann das Volumen wie angegeben abgemessen werden.

Um das Volumen der Flüssigkeit genau ablesen zu können, muss eine Besonderheit beachtet werden: Wässrige Lösungen zeigen in Glasgeräten keine ebene Oberfläche. Die Flüssigkeit zieht sich an den Rändern etwas nach oben, sodass ein sogenannter **Meniskus** entsteht (◉ Abb. 4.3). Je kleiner der Durchmesser des Geräts ist, desto deutlicher zeigt sich der Effekt. Abgelesen werden muss deshalb genau auf Augenhöhe. Entscheidend ist der untere Rand des Meniskus.



◉ **Abb. 4.3** Ablesen eines konkaven Meniskus (z. B. Wasser)

- **Messpipetten** haben eine Volumenskala. Das ermöglicht es, ein variables Volumen abzumessen. Es gibt sie für ganz verschiedene Volumina. Für eine optimale Genauigkeit sollte eine passende Messpipette ausgewählt werden. Sie sind jedoch nicht so genau wie Vollpipetten.



- **Vollpipetten** haben nur eine Markierung für ein bestimmtes Volumen. Weil diese sich im Bereich des schmalen Glasrohrs befindet, kann das Volumen sehr exakt abgemessen werden. Vollpipetten zählen zu den eichfähigen Volumenmessgeräten. Es gibt sie für viele verschiedene Volumina.



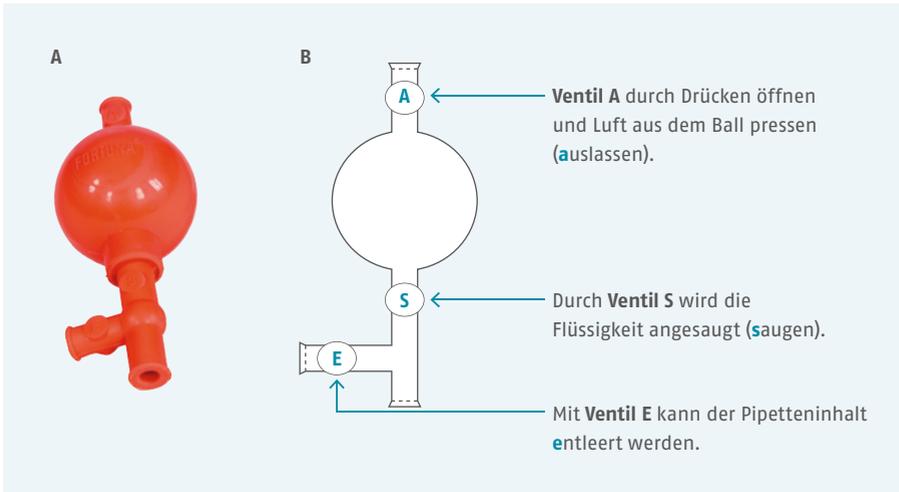
Beide Pipettenarten sind auf Ausfluss (Ex.) justiert, d. h., sie geben das abgelesene Volumen ab.

Um die Flüssigkeit in eine Pipette zu saugen, benötigt man sogenannte **Pipettierhilfen**, denn das Ansaugen mit dem Mund ist selbstverständlich untersagt. Üblicherweise stehen dafür zwei Möglichkeiten zur Verfügung:

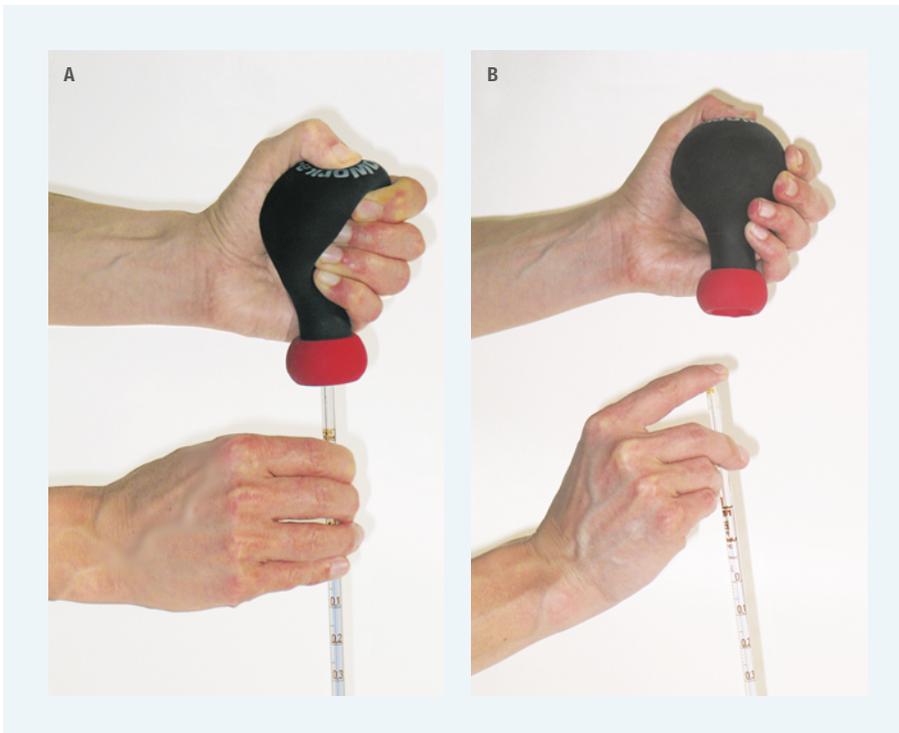
1. Ein **Peleusball** (● Abb. 4.4) wird auf die entsprechende Pipette aufgesetzt. Man öffnet das **Ventil A** durch leichtes Zusammendrücken und drückt mit einer Hand die Luft aus dem Gummiball.

Schließt man das Ventil A, indem man es loslässt, bleibt der Peleusball zusammengedrückt. Drückt man das **Ventil S** (Saugen), dann wird aufgrund der Rückstellkraft des Gummiballs ein Unterdruck erzeugt, mit dem die Flüssigkeit in die Pipette gesaugt werden kann. Lässt man das Ventil los, bleibt die Flüssigkeit mit dem eingestellten Volumen in der Pipette. Mithilfe des seitlichen **Ventil E** (Entleeren) kann der Pipetteninhalt kontrolliert abgegeben werden. Wenn man eine große Pipette füllen muss, kann es auch sein, dass man den Inhalt in zwei Etappen ansaugen muss. Will man die Pipette vollständig entleeren, kann man den Ball auch abziehen und die Flüssigkeit rauslaufen lassen. Der Vorteil eines Peleusballs ist die gute Kontrolle, die man durch das Öffnen und Verschließen der Ventile während des Ansaugens der Flüssigkeit hat.

2. Ein **Howorka-Ball** (● Abb. 4.5) besteht aus einem Saugball und einem Stopfen mit einer konisch zulaufenden Bohrung. Dadurch kann er bei Glasgeräten mit verschiedenen Durchmessern verwendet werden. Mit der einen Hand wird der Saugball zusammengepresst, und der Stopfen wird leicht auf die entsprechende Pipette gedrückt. Der Ball muss dabei senkrecht gehalten werden. Indem man die Hand vorsichtig öffnet, saugt der entstehende Unterdruck des Saugballs die Flüssigkeit in die Pipette. Wenn das gewünschte Volumen in der Pipette ist, wird der Ball abgenommen und die Pipette mit dem Zeigefinger abgedichtet. Durch das kontrollierte Öffnen der Pipette mit dem Finger fließt die Flüssigkeit raus. Dringt versehentlich Flüssigkeit in den Ball ein, so kann der Stopfen vom Ball abgezogen und gereinigt werden.



• **Abb. 4.4** Arbeiten mit dem Peleusball: Auslassen (= A), Saugen (= S) und Entleeren (= E)



• **Abb. 4.5** Arbeiten mit dem Howorka-Ball: Aufziehen der Flüssigkeit (A) sowie Abziehen des Balls und Abdichten mit dem Finger (B)

- **Pasteurpipetten** aus Glas besitzen eine lang ausgezogene, feine Spitze und können am Saugrohrende mit einem Gummisauger versehen werden.



- **Plastikpipetten** bestehen aus weichem Plastik. Der integrierte Saugbalg lässt sich ganz leicht zusammendrücken. Plastikpipetten haben eine grobe Markierung des Volumens.



Beide Pipetten dienen dem tropfenweisen Zugeben von Flüssigkeiten.

- **Messkolben** haben keine Skala, sondern nur eine Ringmarke, d. h., sie sind nur für ein bestimmtes Volumen geeignet. Auf dieses Volumen sind sie auch geeicht, deshalb werden sie verwendet, wenn Lösungen mit einer sehr genauen Konzentration hergestellt werden müssen. Durch den schmalen Durchmesser bei der Ringmarke kann das angegebene Volumen mit einer hohen Genauigkeit eingefüllt werden. Im Gegensatz zu Pipetten sind sie auf „In“ geeicht: Das Volumen, das eingefüllt wurde, entspricht dem angegebenen Volumen. Es gibt sie in sehr unterschiedlichen Größen. Sie besitzen oben einen Schliff, der das dichte Verschließen mit einem Stopfen ermöglicht.



- **Messzylinder** werden verwendet, um ein bestimmtes Volumen abzumessen. Sie haben eine Skala, die das Einfüllen variabler Volumina erlaubt. Durch den relativ breiten Ablesedurchmesser ist die Messungenauigkeit größer als bei einem Messkolben. Das eingefüllte Volumen entspricht dem abgelesenen Wert, d. h., dieses Messgerät wurde auf „In“ justiert. Messzylinder zählen nicht zu den eichfähigen Volumenmessgeräten.



- **Büretten** zählen ebenfalls zu den Volumenmessgeräten. Sie werden in ►Kap.10 (Gehaltsbestimmungen) beschrieben.

Welches Volumenmessgerät für den jeweiligen Versuch verwendet werden muss, schreibt die Ph. Eur. indirekt bei der Angabe der abzumessenden Volumina vor.

MERKE

In: Die **eingefüllte** Flüssigkeitsmenge entspricht der aufgedruckten Volumenangabe → Pipetten und Büretten.

Ex: Die **abgegebene** Flüssigkeitsmenge entspricht der aufgedruckten Volumenangabe → Messkolben und Messzylinder.

**Beispiel: Welches Volumenmessgerät soll gewählt werden?**

- 0,150 g Substanz werden in 10 mL verdünnter Schwefelsäure *R* und 90 mL Wasser *R* gelöst.
Die verdünnte Schwefelsäure kann als ätzende Säure mit einer **Messpipette** abgemessen werden. So wird das Risiko minimiert, dass Tropfen am Rand des Messzylinders runterlaufen, die an die Hände gelangen können. Das Wasser kann mit einem **Messzylinder** abgemessen werden.
- 20,0 mL der Lösung werden mit zwei Tropfen Indikatorlösung versetzt.
Das Volumen der Lösung muss mit einer 20-mL-**Vollpipette** abgemessen werden. Die Indikatorlösung kann mit einer **Pasteur- oder Plastikpipette** zugegeben werden.
- 0,500 g Substanz werden mit Wasser *R* zu 100,0 mL verdünnt.
Zur Herstellung der Lösung muss ein **Messkolben** verwendet werden.

4

ZUSAMMENFASSUNG

- In den Versuchsvorschriften wird oft die Verwendung bestimmter Laborgeräte gefordert. Manchmal muss man aber auch aufgrund der Vorschrift die geeigneten Geräte auswählen. Aus diesen Gründen muss man die Namen der Laborgeräte kennen und auch die jeweilige Einsatzmöglichkeiten.
- Feststoffe werden im chemischen Labor abgewogen. Dazu werden Feinwaagen/ Analysenwaagen und Präzisionswaagen/Rezepturwaagen verwendet. Sie unterscheiden sich in einigen Kenngrößen, vor allem in der Genauigkeit, mit der Substanzen abgewogen werden können.
- Flüssigkeiten werden im Labor meist als Volumen abgemessen. Die verschiedenen Volumenmessgeräte werden zu unterschiedlichen Zwecken eingesetzt, z. B. zum Abmessen eines bestimmten Volumens oder zum Herstellen von Mischungen mit einer bestimmten Konzentration. Auch hier spielt die geforderte Genauigkeit eine wichtige Rolle.





10 Gehaltsbestimmungen

Gehaltsbestimmungen werden in Apotheken kaum noch durchgeführt. Mittlerweile ist es die Regel, dass ein Hersteller oder Großhändler der Substanz ein valides Prüfzertifikat beilegt. Dann kann bekanntermaßen die Bestimmung der Reinheit und des Gehalts entfallen. Aber trotzdem nimmt die Gehaltsbestimmung in Form der Titrationsen einen erheblichen Teil in der schulischen Ausbildung ein. Die Gründe sind nachvollziehbar, denn so wird der Umgang mit Chemikalien geschult und gezeigt, wo nicht genau genug gearbeitet wurde. Dann stimmt nämlich das ermittelte Ergebnis nicht mit der Realität überein. Die Abweichung gibt einen direkten Hinweis darauf, wie sehr bei der Genauigkeit der Arbeit im Labor nachgebessert werden muss. Und durch die praktische Arbeit mit den Substanzen kann die Theorie der wichtigsten chemischen Reaktionsarten vertieft werden.

In der Ph. Eur. findet man im Allgemeinen Teil bei den Allgemeinen Methoden das Kapitel 2.5, Gehaltsbestimmungsmethoden. Hier werden einige allgemeine Methoden beschrieben, auf die in einer Monographie entsprechend verwiesen wird. Spezifische Vorschriften werden in der jeweiligen Monographie unter der Überschrift „Gehaltsbestimmung“ angegeben.

Bei Vorliegen eines validen Prüfzertifikats (►Kap.2) kann bei der Prüfung der Ausgangsstoffe in der Apotheke die Gehaltsprüfung entfallen. Gehaltsbestimmungen helfen, die Theorie hinter zentralen chemischen Reaktionsarten zu verstehen und sie durch konkrete Beispiele zu vertiefen. Die Auswertung der Ergebnisse erlaubt eine gute Rückmeldung, ob die Arbeit im Labor ordnungsgemäß durchgeführt wurde und verbessert die in der Apotheke notwendigen praktischen Fertigkeiten. Gehaltsbestimmungen eignen sich deshalb hervorragend zu Übungszwecken.

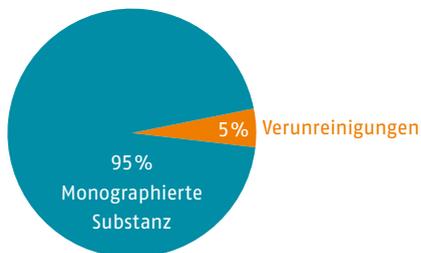
10.1 Grundlagen

Ist in der Ph. Eur. ein Grenzwert für den Gehalt vorgeschrieben, dann wird er unter der Überschrift „Definition“ am Anfang jeder Monographie in Prozent angegeben. Das bedeutet, dass der tatsächliche Anteil der monographierten Substanz auf die Einwaage des untersuchten Stoffs bezogen wird. Die Bestimmung des Gehalts ist also genau genommen auch eine Prüfung auf **Reinheit**: Der Teil des untersuchten Stoffs, der nicht durch die Gehaltsbestimmung erfasst werden kann, besteht aus sonstigen Substanzen.

Beispiel:

Hat eine Substanz einen Gehalt von 95 %, dann besteht eine Einwaage von 1,000 g aus

- 0,950 g der monographierten Substanz und
- 0,050 g Verunreinigung durch sonstige Substanzen.



Betrachtet man die Grenzwerte, die die Ph. Eur. für den Gehalt vorschreibt, dann fällt bei den meisten Substanzen auf, dass als obere Grenze Werte von über 100 % angegeben werden. Das ist praktisch einfach unmöglich. Es kommt aber daher, dass bei der Bestimmung des Gehalts zwangsläufig kleine Abweichungen vom tatsächlichen Wert ermittelt werden. Diese entstehen zum einen durch das Verfahren an sich und zum anderen durch die Grenzen der Genauigkeit beim Ablesen des Ergebnisses. Die Ph. Eur. berücksichtigt bei ihren Angaben deshalb die Abweichungen sowohl nach unten als auch nach oben, deshalb kann

der berechnete Wert größer sein als 100 %. Es werden die Grenzwerte angegeben, die bei exakter Durchführung der beschriebenen praktischen Bestimmung erhalten werden können. Der errechnete Wert muss auf die angegebene Anzahl der Stellen gerundet werden. Dann wird die Entscheidung getroffen, ob der geprüfte Stoff den Anforderungen der Monographie entspricht oder nicht.

Allgemeines Vorgehen bei Gehaltsbestimmungen

- Die **Einwaage** darf $\pm 10\%$ von dem Wert abweichen, der in der Vorschrift angegeben wird (►Kap. 4.2). Eine genauere Einwaage ist nicht notwendig und dauert zu lang.
- **Durchführung der Gehaltsbestimmung** (nach Vorschrift in der Monographie): Die Ablesegenauigkeit beträgt $\pm 0,05\text{ mL}$ (10 mL-Bürette) oder $\pm 0,1\text{ mL}$ (25 mL-Bürette). Jeder Tropfen führt zu deutlichen Abweichungen bei der Berechnung.
- **Berechnung**: Die bestimmte Masse wird auf die tatsächlich eingewogene Masse bezogen und am Ende auf die geforderte Anzahl an Stellen gerundet.
- Abschließend trifft man die **Entscheidung**, ob die Substanz der Monographie entspricht. Dazu vergleicht man den berechneten Wert mit den erlaubten Grenzwerten des Gehalts (in der Monographie unter „Eigenschaften“ angegeben).

Bei einigen Substanzen findet man nach den Grenzwerten für den Gehalt in Klammern die Angaben **getrocknete Substanz** oder **wasserfreie Substanz**. Bevor hier der Gehalt bestimmt werden kann, müssen der **Trocknungsverlust** (Ph. Eur., 2.2.32; ►Kap. 9.4) oder der **Wassergehalt** (Ph. Eur., 2.5.12) bestimmt werden. Dabei wird ermittelt, welcher Anteil des vorliegenden Stoffs aus flüchtigen Substanzen oder aus Wasser besteht. Um diesen Anteil wird die Einwaage rechnerisch verringert und die bei der Gehaltsbestimmung ermittelten Werte werden dann auf den korrigierten Wert bezogen. Um den Gehalt einer Substanz zu bestimmen, gibt es verschiedene Methoden:

- chromatographische Methoden (►Kap. 8.7),
- NIR-Spektroskopie (nur in der Industrie, in der Apotheke zur Identitätsprüfung; ►Kap. 8.8),
- Titration/Maßanalyse,
- UV-Vis-Spektroskopie.

Die meisten in der Ph. Eur. beschriebenen Verfahren zur Gehaltsbestimmung zählen zur Titration/Maßanalyse.

Die drei Begriffe **Titration**, **Maßanalyse** und **Volumetrie** werden mehr oder weniger synonym verwendet.

Man titriert (versetzt tropfenweise) eine Probelösung mit einer Maßlösung. Der Begriff **Titration** beschreibt das praktische Vorgehen bei der quantitativen Analyse.

Man verwendet für die quantitative Analyse Lösungen mit exakt bekannter Konzentration, sogenannte Maßlösungen. Daher stammt der Begriff **Maßanalyse**.

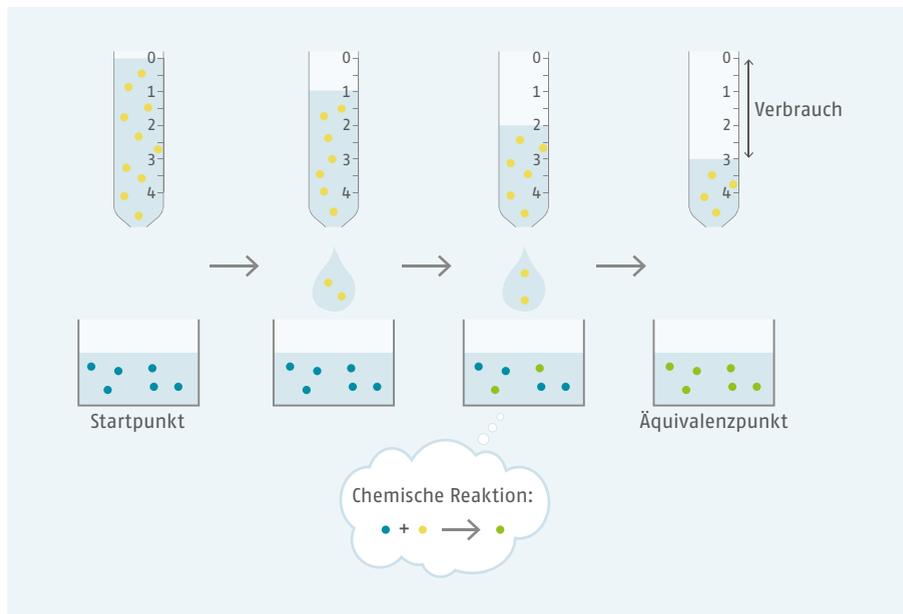
Die Bestimmung des Gehalts erfolgt über das Ablesen des Volumens der Maßlösung. Der Begriff **Volumetrie** wird in der Ph. Eur. verwendet.

10.1.1 Funktionsweise einer Titration

Bei einer Titration findet zwischen Teilchen der Probelösung und der Maßlösung eine chemische Reaktion statt. Dadurch verringert sich mit jeder Zugabe an Maßlösung die Konzentration der Teilchen der Probelösung. Der **Endpunkt der Bestimmung (Äquivalenzpunkt)** ist dann erreicht, wenn alle Teilchen der Probelösung mit Teilchen aus der Maßlösung reagiert haben. Die Zugabe der Maßlösung erfolgt mittels einer Bürette, sodass das bis zum Äquivalenzpunkt zugegebene Volumen direkt abgelesen werden kann. Aus dem Verbrauch der Maßlösung lässt sich die Konzentration und damit der Gehalt der zu untersuchenden Substanz berechnen (• Abb. 10.1): Zu Beginn liegt eine unbekannte Anzahl an Probeteilchen (blau) in der Lösung vor. Die Konzentration der Maßlösung ist bekannt, hier enthält sie 2 gelbe Teilchen pro Milliliter. Die Teilchen der Maßlösung reagieren bei der Titration mit den Probeteilchen zu einem Produkt (grün). Am Äquivalenzpunkt haben alle Probeteilchen mit Teilchen der Maßlösung reagiert. Aus dem Verbrauch von 3 mL kann man errechnen, dass man $3 \times 2 = 6$ Teilchen der Maßlösung zur Umsetzung gebraucht hat. Da beide Teilchen im Verhältnis 1:1 reagieren, müssen zu Beginn ebenfalls 6 Teilchen der Probe in der Lösung gewesen sein.

Damit eine Titration für eine Gehaltsbestimmung geeignet ist, müssen folgende Voraussetzungen erfüllt sein:

- Die ablaufende chemische Reaktion muss genau bekannt sein.
- Die ablaufende chemische Reaktion muss sehr schnell ablaufen.
- Die zu untersuchende Substanz muss bei der Reaktion vollständig (quantitativ) umgesetzt werden.
- Der Endpunkt der Umsetzung muss eindeutig erkennbar sein.
- Die Konzentration der Maßlösung muss exakt bekannt sein.



• Abb. 10.1 Ablauf einer Titration im Teilchenmodell

Für die Bestimmung des Endpunkts werden entweder **Indikatoren** eingesetzt oder man verwendet elektrochemische Endpunktbestimmungsmethoden (**Potentiometrie**). Die Bezeichnung „Indikator“ leitet sich vom Lateinischen *indicare* (dt. anzeigen) ab. Je nach Zustand haben Indikatoren eine andere Farbe und zeigen so das Erreichen oder Verlassen eines Zustands an. Je nachdem welche Reaktion der Titration zu Grunde liegt, müssen Indikatoren andere Eigenschaften haben. Die jeweiligen Indikatoren werden in den entsprechenden Kapiteln beschrieben.

10.1.2 Berechnungen

Die Ph. Eur. vereinfacht die Berechnungen für Durchführende sehr: Es ist in den Vorschriften zur Gehaltsbestimmung immer die sogenannte **Äquivalenzmasse** ($m_{\bar{A}}$) aufgeführt. Diese gibt an, welche Masse an Untersuchungssubstanz einem Milliliter an verbrauchter Maßlösung entspricht. Man multipliziert diese Angabe also mit dem Volumen an Maßlösung (V_{ML}), das bis zum Äquivalenzpunkt verbraucht wurde und erhält direkt die Masse an Substanz (Analyt, m_A), die sich im Kolben befand.

$$m_A = m_{\bar{A}} \times V_{ML}$$

Zur Entscheidung, ob der Gehalt den Grenzwerten entspricht, die bei den Eigenschaften angegeben sind, muss das Ergebnis in Prozent umgerechnet werden (Massenanteil w). Dazu bezieht man die berechnete Masse (m_A) auf die Einwaage (m_E) und multipliziert mit 100.

$$w = \frac{m_A}{m_E} \times 100 \%$$

Der so erhaltende Wert muss auf die angegebene Anzahl an Stellen gerundet werden. Dann kann die Entscheidung getroffen werden, ob die Substanz der Monographie der Ph. Eur. entspricht oder nicht.

In manchen Vorschriften wird vor der Titration **aliquotiert** (► Kap. 10.1.4). Das wird in der Ph. Eur. für die Berechnung nicht ausdrücklich angegeben. Man muss die berechnete Masse m_A entsprechend dem titrierten Anteil multiplizieren.

Rechenbeispiel: Berechnung mit Äquivalenzmasse

Die eingewogene Masse wird auf ein Volumen von 100,0 mL verdünnt. Die Titration wird mit 20,0 mL der Lösung durchgeführt. Das Ergebnis muss mit 5 multipliziert werden, weil nur $\frac{1}{5}$ der Gesamtmenge durch die Titration bestimmt wurde.

Rechenbeispiel: Berechnung ohne Äquivalenzmasse (für Fortgeschrittene)

Auch ohne die Äquivalenzmasse kann die Berechnung des Gehalts durchgeführt werden. Dazu muss man die Vorgänge bei der jeweiligen Titration allerdings nachvollziehen. Bekannt sind:

- die Stoffmengenkonzentration der Maßlösung c_{ML} (Einheit: mol/L bzw. mmol/mL),
- das Volumen der Maßlösung V_{ML} bis zum Äquivalenzpunkt (Einheit: mL),
- die molare Masse M_A der zu untersuchenden Substanz (Einheit: g/mol bzw. mg/mmol) und
- die Einwaage m_E der zu untersuchenden Substanz (Einheit: g).

AUFGEPASST: EINHEITEN UMRECHNEN!

aha

Die Einheiten stimmen nicht überall überein, sie müssen bei Bedarf umgerechnet werden. Bei welchem Schritt das gemacht wird, kann frei entschieden werden. Wird erst im letzten Schritt gerundet, ist das Ergebnis identisch.

Schritt 1: Da die Stoffmengenkonzentration der Maßlösung (c_{ML}) bekannt ist, kann durch das Umstellen von (1) (► Kap. 5.3) die Stoffmenge (n_{ML}) in dem Volumen an Maßlösung (V_{ML}) berechnet werden, das bis zum Äquivalenzpunkt verbraucht wurde (2):

$$c = \frac{n}{V} \quad (1)$$

$$n_{\text{ML}} = c_{\text{ML}} \times V_{\text{ML}} \quad (2)$$

Schritt 2: Die Reaktionsgleichung der Reaktion bei der Gehaltsbestimmung muss aufgestellt werden. Hier kann abgelesen werden, in welchem Verhältnis (x) die zu untersuchende Substanz mit der Maßlösung reagiert. Reagieren beispielsweise 2 Teilchen des Analyten mit 1 Teilchen der Maßlösung, beträgt $x = 2$. Ist es umgekehrt, dann erhält man $x = 1/2$.

Schritt 3: Die Stoffmenge der Teilchen der Maßlösung muss mit dem entsprechenden Faktor (x) multipliziert werden:

$$n_{\text{A}} = n_{\text{ML}} \times x$$

Schritt 4: Durch das Umstellen von $n_{\text{A}} = \frac{m_{\text{A}}}{M_{\text{A}}}$ (► Kap. 5.3) kann mithilfe der molaren Masse M_{A} der zu untersuchenden Substanz die Masse m_{A} berechnet werden, die sich zur Titration im Kolben befand:

$$m_{\text{A}} = M_{\text{A}} \times n_{\text{A}}$$

Nun kann wie bei der Berechnung über die Äquivalenzmasse der Massenanteil w mithilfe der eingewogenen Masse (m_{E}) berechnet werden:

$$w = \frac{m_{\text{A}}}{m_{\text{E}}} \times 100 \%$$

Rechenbeispiel

Sie übernehmen den Reagenziensatz im Labor und überprüfen den Gehalt bzw. die Konzentration der verdünnten Salzsäure R . Sie sollte 73 g/L HCl enthalten. Die molare Masse von HCl beträgt 36,5 g/mol bzw. 36,5 mg/mmol.

Sie titrieren 10,0 mL der verdünnten Salzsäure R mit Natriumhydroxid-Lösung (1 mol/L bzw. 1 mmol/mL). Als Indikator verwenden Sie Phenolphthalein. Beim Farbumschlag lesen Sie ein verbrauchtes Volumen von 16,5 mL ab.

Zunächst berechnen Sie nach **Schritt 1** die Stoffmenge an Hydroxid-Ionen, die bis zum Äquivalenzpunkt reagiert hat:

$$n_{\text{ML}} = c_{\text{ML}} \times V_{\text{ML}} = 1 \frac{\text{mmol}}{\text{mL}} \times 16,5 \text{ mL} = 16,5 \text{ mmol}$$

Bei dieser Titration reagieren Hydroxid- und Oxonium-Ionen im Verhältnis 1:1. Es muss also kein Faktor eingerechnet werden. Die Stoffmenge an Hydroxid-Ionen entspricht am Äquivalenzpunkt der Stoffmenge an Oxonium-Ionen, die in der Salzsäure vorgelegt wurden:

$$n_A = n_{ML} = 16,5 \text{ mmol}$$

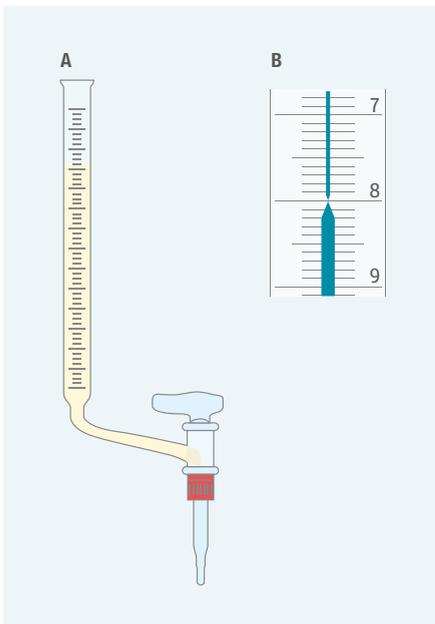
Die Masse an HCl in der Salzsäure wird (**Schritt 3**) mithilfe der molaren Masse von HCl berechnet:

$$m_A = M_A \times n_A = 36,5 \frac{\text{mg}}{\text{mmol}} \times 16,5 \text{ mmol} = 602,25 \text{ mg} = 0,602 \text{ g}$$

Hier wurde ein Volumen von 10,0 mL eingesetzt, das 0,602 g HCl enthält. In einem Liter (1000 mL) der Lösung befindet sich folglich 100-mal so viel HCl, nämlich 60,2 g. Die Lösung sollte laut Ph. Eur. eine Konzentration von 73 g/L haben. Die tatsächliche Konzentration liegt mit 60,2 g/L deutlich darunter. Die verdünnte Salzsäure *R* kann nicht mehr als Reagenz für Prüfungen verwendet werden.

10.1.3 Büretten

Büretten sind **Volumenmessgeräte**, die bei der Maßanalyse/Titration die Abgabe genau bestimmbarer Flüssigkeitsvolumina erlauben. Es sind kalibrierte Glasröhren, die vorne eine Skala aufgedruckt haben (• Abb. 10.2 A). Sie sind am unteren Ende gerade oder gebogen und besitzen einen eingeschliffenen Hahn, mit dessen Hilfe das Volumen der enthaltenen Lösung tropfenweise abgegeben werden kann. Die Rückseite ist oft weiß gefärbt mit einem dünnen blauen Streifen. Dieser Streifen wird **Schellbachstreifen** genannt und erhöht



• **Abb. 10.2** Bürette (A); ein Schellbachstreifen erlaubt ein genaueres Ablesen (B)

die Ablesegenauigkeit. Beim geraden Draufschaue bildet der obere Flüssigkeitsrand durch unterschiedliche Lichtbrechung einen Art Pfeil (● Abb. 10.2 B).

Büretten sind auf „Ex“ geeichte Volumenmessgeräte, d. h., sie geben genau das Volumen an Lösung ab, das an der Skala abgelesen wird.

Büretten gibt es für den pharmazeutischen Gebrauch üblicherweise für Volumina von 10 oder 25 mL Maßlösung. Diese unterscheiden sich in der Ablesegenauigkeit: Bei einer kleineren 10 mL-Bürette kann das Volumen auf $\pm 0,05$ mL genau abgelesen werden, bei einer größeren ist die Skala nur in 0,1 mL-Schritte unterteilt. In Schulen und Apotheken werden meist Büretten verwendet, die von oben mit Maßlösung befüllt werden. Neuere Modelle besitzen oben einen Schliff und können direkt aus Vorratsflaschen mit Maßlösung befüllt werden. Auch automatisierte Titrationsgeräte finden in der Industrie Verwendung.

10.1.4 Praktisches Vorgehen bei Titrationen

Bürette vorbereiten

Zunächst muss über die Vorschrift die benötigte **Größe der Bürette** berechnet werden. Es muss eine Bürette ausgewählt werden, die das erwartete Volumen an Maßlösung auf einmal fassen kann. Ein Nachfüllen während der Titration ist mit einer zu großen Ungenauigkeit verbunden. Dazu wird ein Gehalt von 100 % angenommen und die in der Vorschrift geforderte Einwaage durch die Äquivalenzmasse geteilt. So kann der maximal erwartete Verbrauch an Maßlösung berechnet werden.

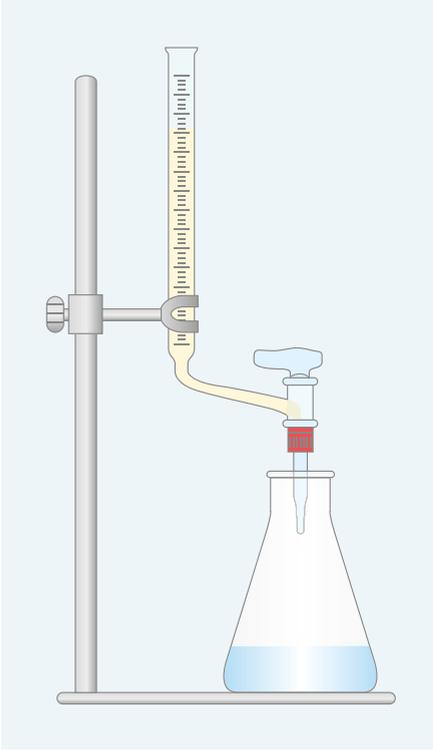
Die passende Bürette wird mithilfe von Klammern und Muffen an einem Stativ mit einem stabilen Standfuß festgemacht (● Abb. 10.3).

Dann sollte der **Hahn überprüft** werden. Dieser besteht aus einem sogenannten **Küken**, das ähnlich wie ein Stopfen durch die passende Öffnung der Bürette gesteckt wird. Dabei ist der Schliff allerdings mit einem Loch versehen, das sich genau in der Mitte befindet und je nach Drehung des Kükens den Hahn schließt oder öffnet. Es besitzt auf der einen Seite einen Handgriff, der das Drehen erleichtert und auf der anderen Seite einen Art Schraubverschluss. Hier wird das Küken mit einer dreiteiligen Sicherung aus einer Unterscheibe (Plastik), einem Dichtungsring aus Gummi und einer Art Mutter (Plastik) festgeschraubt (● Abb. 10.4 A). Kann das Küken leicht genug gedreht werden? Die leichte Drehbarkeit ist nämlich wichtig, da das Küken im Verlauf der Titration mit einer Hand leicht und schnell bedient werden können muss (● Abb. 10.4 B).

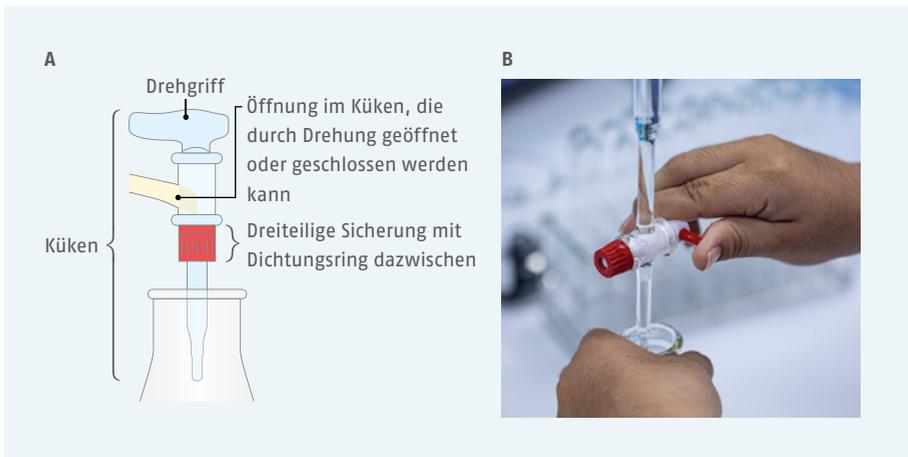
Bewegt sich das Küken nur schwer im Hahn, dann kann überprüft werden, ob die Sicherung zu fest zuge dreht wurde. Glasküken in geschliffenen Hähnen müssen eventuell nachgefettet werden.

Die Bürette wird dann dreimal mit der verwendeten Maßlösung **gespült**. Im Schullabor hat sich zur Reduktion von Kosten und Chemikalienabfall die Verwendung von Spüllösungen unterschiedlicher Reinheit bewährt. Nur der letzte Spülvorgang wird dann üblicherweise mit reiner Maßlösung gemacht. Im letzten Schritt wird Maßlösung eingefüllt, mit der auch titriert wird.

Zum **Einstellen der Nullmarke** wird genau so viel Maßlösung eingefüllt, dass das Volumen bei null steht. Praktischerweise füllt man minimal mehr Maßlösung ein und lässt sie tropfenweise bis zum Erreichen der Nullmarke ab. Führt man mehrere Titrationen mit derselben Maßlösung durch, muss natürlich dazwischen nicht gespült werden. Die Maßlösung wird aber nach jeder Titration wieder auf die Nullmarke eingestellt.



• **Abb. 10.3** Eine Bürette wird mithilfe von Klammern und Muffen an einem Stativ befestigt. Wenn sich eine Flüssigkeit in der Bürette befindet, muss aus Sicherheitsgründen immer ein Erlenmeyerkolben darunter stehen.



• **Abb. 10.4** Der Hahn einer Bürette: Das Kükens wird durch die Öffnung am unteren Ende der Bürette gesteckt. Es hat an der einen Seite einen Drehgriff und wird auf der anderen Seite durch eine dreiteilige Sicherung befestigt. Durch Drehen des Hahns wird die Bohrung des Kükens zum Durchlauf oder verschließt die Bürette. Ist er leichtgängig, erlaubt der Hahn eine äußerst feine Zugabe der Flüssigkeit (A). Bei der Titration hält man den Erlenmeyerkolben mit der gelösten Probe in der einen Hand und bedient den Hahn der Bürette mit der anderen (B).