



KIT
Karlsruher Institut für Technologie

Vorbereitung zum Anorganisch-Chemischen Praktikum für Physiker 2017

Dr. Christopher Anson


INSTITUT FÜR ANORGANISCHE CHEMIE



KIT – Universität des Landes Baden-Württemberg und
nationales Forschungszentrum in der Helmholtz-Gemeinschaft

www.kit.edu

Wo, wann, was....?



- Das Praktikum dauert vier Wochen: **4. - 29. Sept. 2017.**
- Es findet im Praktikumsaal 207 (AOC) statt.
- Praktikumsanfang (Einführung / Sicherheitsanweisung / 1. Seminar) 09:00 am 4. Sept 2017, im Criegee-HS, Geb. 30.41
- Das Praktikumsaal hat täglich 09:00-12:00 und 13:00-18:00 geöffnet.
- Am Montag 18. Sept bleibt das Praktikum wegen der Klausur „Höhere Mathe II“ geschlossen!
- Das Praktikum wird in Zweiergruppen gemacht (Einteilung der Zweiergruppen am Ende der Vorbereitung)
- Weitere Seminare finden 08:00-09:00 im SR 101 (AOC) statt.
- Weitere Informationen auf www.aoc.kit.edu/2261.php
(oder www.aoc.kit.edu → *Studium und Lehre* → Anorg. Chem. Prakt.
für Phys.)

2 04.07.2017 Dr. Christopher Anson: Vorbereitung zum Praktikum Institut für Anorganische Chemie

Inhalt des Praktikums

Qualitative Analyse von Kationen und Anionen (Trennungsgang)

Kationen:
 Ag^+ , Al^{3+} , Ba^{2+} , Bi^{3+} , Ca^{2+} , Co^{2+} , Cr^{3+} , Cu^{2+} , Fe^{3+} , K^+ , Mg^{2+} , Mn^{2+} , NH_4^+ , Na^+ ,
 Ni^{2+} , Pb^{2+} , Sb^{3+} , Sn^{2+} , Sr^{2+} , Zn^{2+}


und Anionen:
 Cl^- , NO_3^- , S^{2-} , SO_4^{2-} , CO_3^{2-} , PO_4^{3-}

„Für jedes Ion ein Nachweis...“ Wenn es nur so einfach wäre!

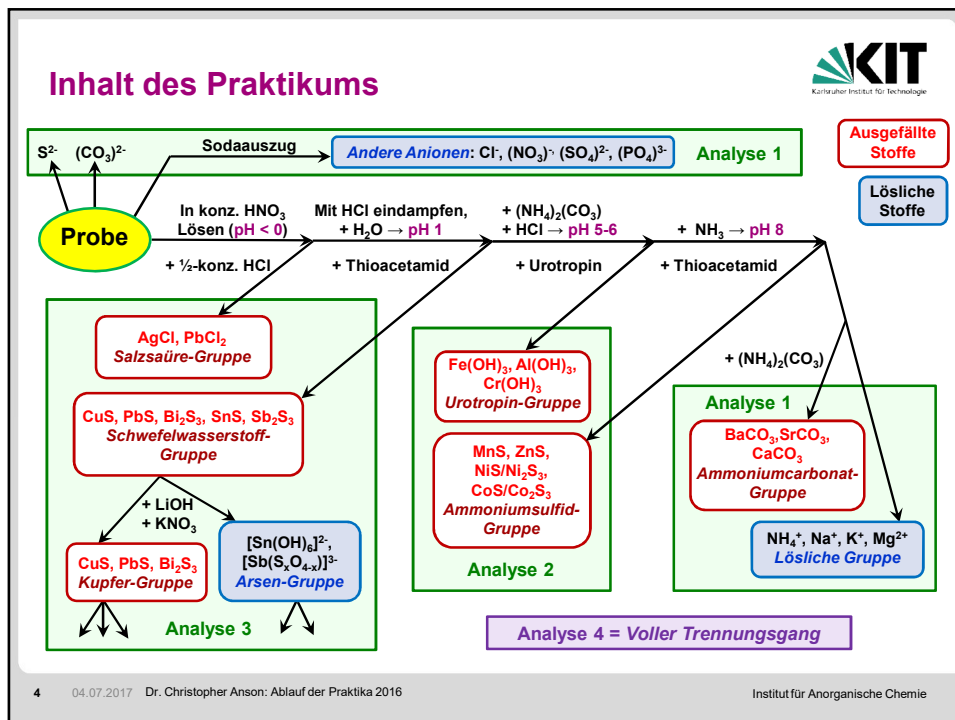
Manche Nachweise sind **nicht eindeutig** (mehrere Ionen möglich), oder werden **von anderen Ionen gestört**.

Man soll zuerst die Kationen voneinander **trennen**.

Die Ionen in einer Probe **sicher** zu bestimmen, machen Sie einen klassischen **Trennungsgang**....



3 04.07.2017 Dr. Christopher Anson: Ablauf der Praktika 2016
Institut für Anorganische Chemie



Inhalt des Praktikums



- 1a) Anionen
- 1b) Lösliche Kationen
- 2) Ammoniumsulfid- und Urotropingruppen
- 3) H_2S - und HCl-Gruppen
- 4) Voller Trennungsgang (2 Tage)

- 1 Tag, die Nachweise zu üben (Jander-Blasius)
- Danach 1 Tag (bzw. 2 Tage) für die Analyse

Qualitative Analyse von Kationen und Anionen

6 Analyse (5 Titrationen, 1 gravimetrische Analyse)

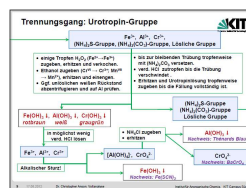
- Titerherstellungen (1 Tag)
- 2 Analyse pro Tag

Zeitplan (inklusive Liste der Übungen) als Download von www.aoc.kit.edu/2261.php

Inhalt des Praktikums



Seminare



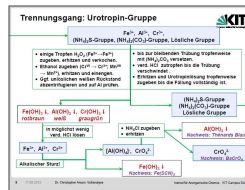
- Montag 4. Sept., 09:00-10:30: **Praktikumsablauf und Sicherheitsbelehrung**
- Montag 4. Sept., 11:00-12:15: **Quali-Analyse 1a und 1b**
- Mittwoch 6. Sept., 08:00-09:00: **Quali-Analyse 2**
- Donnerstag 7. Sept., 08:00-09:00: **Quali-Analyse 3**
- Dienstag 12. Sept., 08:00-09:00: **Quali-Analyse 4 (Vollanalyse)**
- Freitag 15. Sept., 08:00-09:00: **Quantitative Analyse 1**
- Dienstag 19. Sept., 08:00-09:00: **Quantitative Analyse 1**

Seminare am 5. Sept. im Criegee-HS (Geb. 30.41)
 Weitere Seminare im SR 101, AOC (Geb. 30.45)

Am 4. Sept, nach der Sicherheitsbelehrung und dem Seminar zu Analyse 1,
 fängt das Praktikum um 13:00 mit Platzausgabe an!

Inhalt des Praktikums

Seminare



- **Sehr wichtig** für die Analyse!
- Aber nur die **Sicherheitsbelehrung** ist **absolut pflicht**
- Deshalb **darf** eine Klausur, die gleichzeitig zu einem Seminar stattfindet, mitgeschrieben werden
- Wenn man eine Klausur während des Praktikums mitschreiben soll, bitte am Tag vorher den Assistenten Bescheid geben
- Alle Seminare als pdf-Dateien von www.aoc.kit.edu/2102.php erhältlich (**Kennwort: chemieistsuper**)

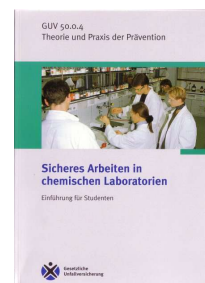
Sicherheit im Labor

In einem Chemie-Labor geht man mit **Gefahrstoffe** um..
Also: **Angst? Nein! – Respekt? Ja!**

Sicherheit hat allerhöchste Priorität

Sicherheit im chemischen Hochschulpraktikum
soll heruntergeladen (und gelesen!) werden:
publikationen.dguv.de/dguv/pdf/10002/i-8553.pdf

Die Betriebsanweisung nach § 20 GefStoffV des Instituts für Anorganische Chemie („Allgemeine Laborordnung“)
kann von der Praktikumswebseite heruntergeladen werden.
Die dort aufgeführten Regelungen sind einzuhalten.



Sicherheit im Labor



Ausrüstung:

- Schutzbrille* (vom Institut gestellt)
- Labormantel* (100% Baumwolle, keine Kunstfaser!)
* müssen immer im Labor richtig getragen werden.
- Schutzhandschuhe (Nitril; keine Einmalhandschuhe!)
- Geschlossene, rutschfeste Schuhe
- Lange Hose (leider auch bei 35 °C!)

Das Praktikum fängt am ersten Tag um 09:00 mit einer Sicherheitsbelehrung an:

Hiermit bestätige ich auch, dass ich an der Unterweisung gemäß §12 Abs. 1 ArbSchG und §4 Abs. 1 UVV teilgenommen habe und deren Inhalte verstanden habe.

Karlsruhe, den

(Unterschrift des Praktikanten)

Anwesenheit unbedingt erforderlich: ohne Unterschrift, keine Praktikumsteilnahme!

Ausrüstung für das Praktikum



Das Praktikum wird *in Zweiergruppen* gemacht.

- Die Laborplatzausrüstung (Glassatz, Schutzbrille, Kleingeräte usw.) wird vom Institut gestellt.

Platzausgabe am Tag 1, 13:00-14:00, im Labor 207.

Am Ende des Praktikums muss dieser Glassatz *gereinigt, vollzählig und unbeschädigt* zurückzugeben werden!

- Zusätzlich notwendiges Verbrauchsmaterial sollen die Studierenden selbst erhalten.

- Einkaufszettel (einmal pro Zweiergruppe!) von der Webseite.

- Bezugsquellen: *Glasbläserei H. Paris*, Am Künstlerhaus 51, Karlsruhe (Sammelbestellung möglich – bitte Liefertermin in der Mittagspause: ca. 12:30)

(Oder von Studierenden höherer Semester...)

Ausrüstung für das Praktikum

Was soll ich erhalten?

- **Labormantel** (100% Baumwolle, keine Kunstfaser!)
- **Schutzhandschuhe** (Nitril, keine Einmalhandschuhe!)

Bezugsquelle: *Firma Kuni*, Zähringer Str. 72 (bei Kronenplatz)
(www.Berufsmode.com)

- **Protokollheft**

Pro Zweiergruppe:

- **Etiketten**
- **2 Vorhängeschlösser** (jeweils eines für Spind und Platz)
- **Putzmittel** (Spülmittel, Küchenrolle, Schwamm...)
- **Feuerzeug** (für Bunsenbrenner, d.h. auch für Nichtraucher!)

Literatur

Jander - Blasius: „Einführung in das anorganisch-chemische Praktikum (Einschließlich der quantitativen Analyse)“

S. Hirzel Verlag (aktuell 15. Auflage, 2005)

ISBN-10: 3-7776-1364-9

Als Vorbereitung, die Kapitel:

- 1.1: Säure-Base, Chemisches Gleichgewicht und Löslichkeitsprodukt, Oxidation/Reduktion, Stöchiometrische Rechnungen, Komplexchemie
- 1.2: Giftgefahren und Arbeitsschutz
- Die relevant Teile aus Kapitel 2 und 3 (siehe Zeitplan)



Oder Jander - Blasius: „Lehrbuch der analytischen und präparativen anorganischen Chemie“

S. Hirzel Verlag (aktuell 16. Auflage, 2006)

ISBN-10: 3-7776-1388-6

Reicht für Quali, aber nicht für Quanti!

...und die Seminarfolien!



Vorprotokolle



Vorprotokoll (wird vor Anfang der Analyse aufarbeitet)

Was gehört im Vorprotokoll?

- Was werden Sie machen (d.h. die Analyse, sowie die Übungen aus Jander-Blasius am Tag vor der Analyse)? Warum? Was erwarten Sie?
- Reaktionsgleichungen.
- Liste der verwendeten Chemikalien
- H- und P-Sätze der Chemikalien
- Richtige Entsorgung der Chemikalien.

Wird von **jedem** Student für **jede** Analyse **handschriftlich** geschrieben.

- Vorprotokolle sollen **vor Anfang der Analyse** von den Assistenten kontrolliert und benotet werden.
- Durchführung der Analyse nur nach (erfolgreicher) Kontrolle des Vorprotokolls!

Ein **Mustervorprotokoll** steht auf der Praktikumswebseite...

Mustervorprotokoll

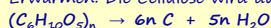


1. eventuelle Übungen aus Jander-Blasius (siehe Zeitplan):

Schwefelsäure und Sulfate (Übungen 1-3, Seiten 150-151)

1. Wasserentziehende Wirkung von konz. H_2SO_4

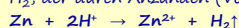
Man werfe einen Holzspan in konz. H_2SO_4 . Er schwärzt sich langsam, schneller bei gelindem Erwärmen. Die Cellulose wird durch Dehydration zersetzt; Kohlenstoff entsteht:



2. Verhalten von H_2SO_4 gegen Zn:

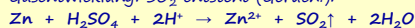
(a) verdünnte H_2SO_4 (wirkt sauer):

In einem Reagenzglas übergieße man technisches Zink mit verd. H_2SO_4 . Es entsteht gasförmiger H_2 , der durch Anzünden (Vorsicht vor H_2 /Luft-Mischungen: Knallgas!) nachgewiesen wird.



(b) konzentrierte H_2SO_4 (wirkt oxidierend):

In einem Reagenzglas übergieße man technisches Zink (Zinkblech) mit konz. H_2SO_4 . Zunächst passiert nichts – konz. H_2SO_4 enthält fast keine freie H_3O^+ -Ionen. Man erwärme bis zur Gasentwicklung: SO_2 entsteht (Geruch!).



USW....

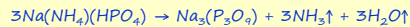
Mustervorprotokoll

2. eventuelle Vorproben (z.B. hier zur Analyse 2):

Vorprotokoll 2 Analyse (Ammoniumsulfid- und Urotropingruppen)

Vorprobe (Phosphorsalzperle)

Die Spitze eines Pt-Drahts zum Glühen erhitzen, und heiß in Phosphorsalz, $\text{Na}(\text{NH}_4)(\text{HPO}_4)$, tauchen. Das haften gebliebene Salz in der Flamme schmelzen lassen, bis sich keine Gas-Blasen mehr entwickeln:

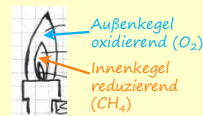


Die erkaltete, mit Wasser befeuchtete Perle in die Probe tauchen. Perle und Probe in der Oxidations- oder Reduktionszone der Flamme zusammenschmelzen:



Farbe der Perle beachten:

	Oxidationsflamme	Reduktionsflamme
Cr	Grün	Grün
Mn	Violett	Farblos
Fe	Gelb (heiß) Farblos bis orange (kalt)	Fahlgrün
Co	Blau	Blau
Ni	Gelb (heiß) Braun (kalt)	Grau
Cu	Grün-gelb (heiß) Blau (kalt)	Farblos (heiß) Rotbraun (kalt)
Cu + Sn	Rot	Grau
Zn	Grau	Grau



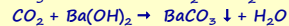
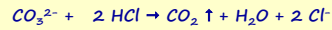
Mustervorprotokoll

3. Analyse und Nachweise (z.B. hier Anionen aus Analyse 1a):

Zu Analysierende Anionen: Cl^- , SO_4^{2-} , NO_3^- , CO_3^{2-} , S^{2-} , PO_4^{3-}

Nachweis von CO_3^{2-} und S^{2-} aus Ursubstanz. Nachweis von Cl^- , SO_4^{2-} , NO_3^- und PO_4^{3-} aus Sodauszug

Carbonatnachweis aus Ursubstanz:

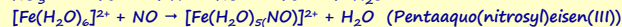
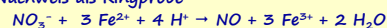


Eine Spatelspitze der Ursubstanz wird in ein Reagenzglas gegeben und mit verd. HCl versetzt. Gleich nach dem Zutropfen der Salzsäure wird ein mit $\text{Ba}(\text{OH})_2$ -Lösung (Barytwasser) gefülltes Gärröhrchen aufgesetzt. Das Reagenzglas wird dann im Wasserbad erwärmt. Die Bildung einer weißen Trübung innerhalb von 3 – 5 Minuten zeigt CO_2 an.

Sodauszug:

1 Spatelspitze Analysensubstanz wird mit der dreifachen Menge an wasserfreiem Na_2CO_3 (Soda) in 10 – 20 mL Wasser aufgeschlämmt und 15 Minuten (vorsichtig) zum Sieden erhitzt. Nach dem Erkalten der Lösung trennt man von schwerlöslichen Bestandteilen ab.

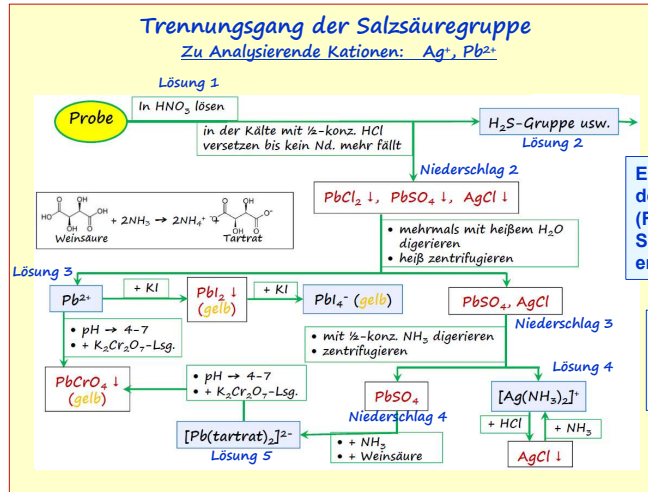
Nitrat-Nachweis als Ringprobe



Einige Tropfen des Sodauszugs werden im Reagenzglas mit verd. H_2SO_4 angesäuert. Dazu gibt man ca. 2 mL einer kalt gesättigten, mit 1 Tropfen verdünnter $\text{H}_2\text{SO}_{4(\text{aq})}$ angesäuerten FeSO_4 -Lösung. Dann unterschichtet man vorsichtig mit konz. $\text{H}_2\text{SO}_{4(\text{aq})}$. An der Phasengrenze der beiden Flüssigkeitsschichten bildet sich ein brauner bis amethystfarbener Ring.

Mustervorprotokoll

4. Trennungsgänge (z.B. hier Salzsäure-Gruppe aus Analyse 3):

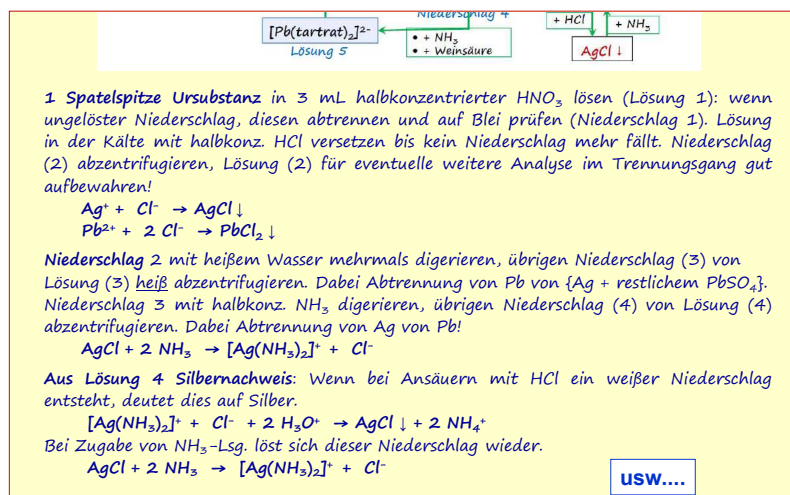


Ergänzung der Texte mit der schematischen Ablauf (Flußdiagramm aus den Seminarfolien) ist immer empfehlenswert!

Auch empfehlenswert ist die Lösungen und Niederschläge zu nummerieren.

Mustervorprotokoll

4. Trennungsgänge (z.B. hier Salzsäure-Gruppe aus Analyse 3):



H- und P-Sätze

GHS („Globally-Harmonised System“):

Jeder Gefahrstoff hat die eigene Reihe von H- und P- Sätze...

H (Hazard = Gefahr): z.B. H301 „Giftig bei Verschlucken“

P (Precautionary = Vorsichtsmaßnahmen):

- **Prävention: z.B. P270 „Bei Gebrauch nicht essen, trinken oder rauchen“**
- **Reaktion: z.B. P301+P330+P331 „Bei Verschlucken: Mund ausspülen, kein Erbrechen herbeiführen“**

z.B. Thioacetamid H302, H315, H319, H350, H412, P201, P273, P305+P351+P338

H302 Gesundheitsschädlich bei Verschlucken

H315 Verursacht Hautreizungen

H319 Verursacht schwere Augenreizung

USW....

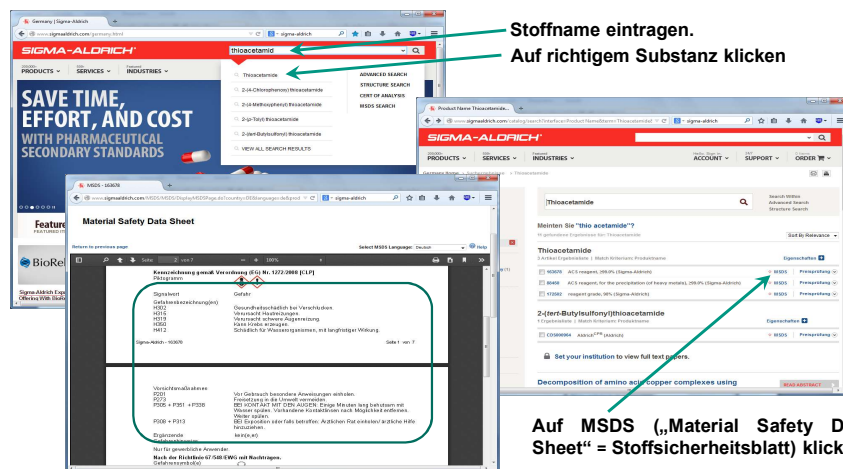
Mehr zum Thema in der Sicherheitsanweisung!

Eine Liste aller H- und P-Sätze finden Sie auf der Praktikumswebseite.

H- und P-Sätze

Wo finde ich die H- und P-Sätze einer Chemikalie?

Wikipedia ist OK(!), aber www.sigmaaldrich.com ist besser:



Stoffname eintragen.
Auf richtigem Substanz klicken

Auf MSDS („Material Safety Data Sheet“ = Stoffsicherheitsblatt) klicken

Und die richtige Entsorgung?

Gefahrstoffreste und Laborabfälle müssen in den **dafür vorgesehenen Behälter** getrennt gesammelt werden:

- Schwermetallsalze und ihre Lösungen: (**angesauert**) im **Schwermetallkanister**
- Titriplexhaltige (EDTA-hältige) Lösungen: im **Titriplexkanister**
- Organische (halogenfreie) Lösemittel: im **Lösemittelkanister**
- Feststoffe (auch Filterpapiere und Magnesiumrinne): im **Feststoffkanister**

Folgende Stoffe dürfen **in den Abguss** entsorgt werden:

- Verd. Säuren und Basen: mit Wasser gut verdünnt in Abguss
- Konz. Säuren und Basen: zuerst (sorgfältig!) neutralisiert, danach mit Wasser gut verdünnt in Abguss
- Halid-, Nitrat- und Sulfat-Salze von Na⁺, K⁺, Mg²⁺ und Ca²⁺: mit Wasser gut verdünnt in Abguss

Bei Unsicherheit – immer **zuerst** die Assistenten fragen!

Mustervorprotokoll

Verwendete Chemikalien – alle Chemikalien mit Signalwort (Name der Gefahrenpiktogramme), H&P Sätzen und Entsorgung:


- **konzentrierte Salzsäure** (siehe Analyse 1) ← **In früheren Analysen schon verwendeten Chemikalien brauchen keine Liste von H- und P-Sätze!**
- **Natriumcarbonat „Soda“ (Na₂CO₃):** Achtung
H319 Verursacht schwere Augenreizung
P260 Staub/Rauch/Gas/Nebel/Dampf/Aerosol nicht einatmen
P305+P351+P338 Bei Kontakt mit den Augen: Einige Minuten lang behutsam mit Wasser spülen. Vorhandene Kontaktlinsen nach Möglichkeit entfernen. Weiter spülen
Entsorgung: Lösungen neutralisiert und gut verdünnt in den Abguss
- **Natriumsulfat (Na₂SO₄):** keine H- oder P-Sätze
Entsorgung: Lösungen gut verdünnt in den Abguss
- **Natriumhydroxid-Lösung „Natronlauge“ (NaOH):** Gefahr (Ätzend)
H290 Kann gegenüber Metallen korrosiv sein
H314 Verursacht schwere Verätzungen der Haut und schwere Augenschäden.
P280 Schutzhandschuhe/Schutzkleidung/Augenschutz/Gesichtsschutz tragen.
P301+P330+P331 Bei Verschlucken: Mund ausspülen. KEIN Erbrechen herbeiführen.
P305+P351+P338 Bei Kontakt mit den Augen: Einige Minuten lang behutsam mit Wasser spülen. Eventuell vorhandene Kontaktlinsen nach Möglichkeit entfernen. Weiter spülen.
P308+P310 Bei Exposition oder falls betroffen: Sofort Giftinformationszentrum oder Arzt anrufen.
Entsorgung: neutralisiert und gut verdünnt in den Abguss ← **Entsorgung nicht vergessen!**

Ich habe die H- und P-Sätze zu den o.g. Chemikalien verstanden, und werde diese eigenverantwortlich beachten

Datum:

Unterschrift:

Erklärung unterschreiben!

Hauptprotokoll

Hauptprotokoll


Vorprotokoll +

- **Beobachtungen**
- **Berechnungen**
- **Ergebnisse...**

Wird im Labor (von *jedem* Student) während/nach der Analyse erledigt und eingegeben.

Die Ergebnisse werden von den Assistenten benotet.

23 04.07.2017Dr. Christopher Anson: Vorbesprechung zum PraktikumInstitut für Anorganische Chemie

Protokolle

Das „Vorprotokoll 1“ Problem:

- z.B. 30 Studierende = 30 Vorprotokolle
- Kontrolle eines Vorprotokolls = 5 Minuten

d.h. 2 Assistenten brauchen ca. 1 Stunden, alle Protokolle zu kontrollieren...

Wenn jede(r) pünktlich um 09:00 mit Vorprotokoll kommt: **Stau!**


Die Lösung:

Vorprotokolle zur Analyse 1 dürfen (sollen!) am **Ende der Platzausgabe** (d.h. ca. 14:00, nicht 18:00!) zur Kontrolle abgeben werden!

Dann können Sie am ersten Labortag rechtzeitig anfangen!

Vorprotokolle zu den späteren Analysen können jederzeit im Labor kontrolliert werden – kein Problem...

24 04.07.2017Dr. Christopher Anson: Vorbesprechung zum PraktikumInstitut für Anorganische Chemie



Punkte

Vorprotokolle: jeweils max. 2 Punkte

Max. Punkte für die Quali-Analyse:

1) Anionen	8
2) Lösliche Kationen:	8
3) Ammoniumsulfid- und Urotropingruppe:	8
4) H ₂ S- und HCl-Gruppe:	8
5) Voller Trennungsgang:	12

Bei jedem Fehler

- ein Ion in der Probe, das nicht gefunden wurde
- ein „gefundenes“ Ion, das nicht in der Probe war


2 Punkte Abzug!

Max. Punkte für die Quanti-Analyse:

Jede Titration/Analyse: max. 6

Fehler < 1 %:	6
Fehler 1-2 %:	5
Fehler 2-3 %:	4
Fehler 3-4 %:	3
Fehler 4-5 %:	2
Fehler 5-10 %:	1

25 04.07.2017
Dr. Christopher Anson: Vorbesprechung zum Praktikum
Institut für Anorganische Chemie



Auszug eines Notenzettels

z.B.

Gruppe	Platz	Matrikelnummer	Name, Vorname	
1	2	1234567	Student, Markus	= A
		7654321	Studentin, Irina	= B

Qualitativer Teil:

	Vorprotokoll (max. 2)		Analyse	Fehler	Punkte (max.)	Gesamtpunkte	
	A	B				A	B
1a	1	2	1, 10, 81	- Cl ⁻	6 (8)	7	8
1b	2	2	1, 10, 81	+ Sr ²⁺	6 (8)	8	8


Quantitativer Teil:

	Vorprotokoll (max. 2)		Analyse	Fehler	Punkte (max.)	Gesamtpunkte	
	A	B				A	B
1	2	2	Säure-Base-Titration	$C(\text{ist}) = 0,0136$ Gef. 0,0131 (-3,6%)	3 (6)	5	5
2	1	2	Küpferelektrodenkomplexometrisch	$M(\text{ist}) = 14,9 \text{ mg}$ Gef. 15,0 mg (+1,0%)	6 (6)	7	8

	Qualitativer Teil	Quantitativer Teil	Gesamt	Note
A	40 / 52	39 / 48	79 %	2,3
B	41 / 52	41 / 48	82 %	2,0

< 50	50-55	56-60	61-65	66-70	71-75	76-80	81-85	86-90	91-95	96-100
5,0	4,0	3,7	3,3	3,0	2,7	2,3	2,0	1,7	1,3	1,0

26 04.07.2017
Dr. Christopher Anson: Vorbesprechung zum Praktikum
Institut für Anorganische Chemie



Am Ende des Praktikums


Fehlgeschlagene Analyse (Quali oder Quanti) dürfen am vorletzten Praktikumstag „**nachgekocht**“ werden!
Bitte den Assistenten rechtzeitig Bescheid geben...

Nicht vergessen - am letzten Tag **Platzabgabe** und **Laborputz!**
d.h. **Anwesenheitspflicht**: ohne Unterschrift von einem Assistent wird das Praktikum nicht bestanden...

Bitte beachten Sie:

Da die Protokolle als **benotete Prüfungen** gelten, müssen diese am letzten Praktikumstag abgegeben werden!

27 04.07.2017 Dr. Christopher Anson: Vorbesprechung zum Praktikum Institut für Anorganische Chemie



Viel Spass beim Praktikum!

Jetzt: **Einteilung der Zweiergruppen...**

Jede Zweiergruppe:

- Ihre Namen und Matrikelnummern **in die Gruppenliste eintragen:**

Gruppe	Name	Vorname	Matrikelnummer	Studiengang	Platz	Spind
1					2	3.01
2					3	3.02
3					4	3.03

- und auch Ihre Namen **von der Teilnehmerliste durchstreichen.**

Dann weiß ich wer noch eine(n) Partner(in) sucht....

28 04.07.2017 Dr. Christopher Anson: Vorbesprechung zum Praktikum Institut für Anorganische Chemie