

Anorganisch-chemisches Praktikum für Studierende der Biologie

Praktikumsbuch: Jander / Blasius, Anorganische Chemie I, Theoretische Grundlagen und Qualitative Analyse, Hirzel Verlag, 18. Auflage, 2016

Die im nachfolgenden Praktikumsplan angegebenen Ziffern bezeichnen jeweils Seitenzahl und Nummer der auszuführenden Versuche.

Seminar: Mo 07:45 - 08:30 Uhr, Online

Do 07:45 - 08:30 Uhr, Online

Weitere wichtige Daten und Termine können unter <https://www.aoc.kit.edu/1924.php> gefunden werden.

Allgemeine Hinweise

Bei allen Arbeiten im Labor sind die im Praktikumsbuch, die Betriebsanweisung nach § 20 GefStoffV des Instituts für Anorganische Chemie und die in dem von der Deutschen Gesetzlichen Unfallversicherung herausgegebenen Heft

„Sicherheit im chemischen Hochschulpraktikum - Eine Einführung für Studierende“
<http://publikationen.dguv.de/dguv/pdf/10002/i-8553.pdf> aufgeführten Sicherheitsmaßnahmen zu beachten und Arbeitsregeln einzuhalten. Vor der Durchführung eines jeden Experimentes informiere man sich über die Eigenschaften und Verlauf der geplanten Reaktion. Vor jedem Umgang mit Gefahrstoffen sind die damit verbundenen Gefahren (H-Sätze) und Sicherheitsratschläge (P-Sätze) zu ermitteln und die damit verbundenen Vorsichtsmaßnahmen einzuhalten.

Fehlende Kenntnisse aufgrund mangelhafter theoretischer Vorbereitung führen zum Ausschluss vom Praktikum! Eigenmächtiges Abändern von Versuchsbedingungen oder Mengenangaben ist streng untersagt.

1. Tag

13.00 Uhr, Laborplatzvergabe in den genannten Praktikumsräumen, Überprüfung der Arbeitsplatzausrüstung, Einweisung in die Bedienung von Laborgeräten und Sicherheitseinrichtungen durch die Assistenten.

Versuche:

1. Man stelle das Verhalten verschiedener Indikatoren gegenüber Säuren und Basen fest. Hierzu gibt man in verschiedene Reagenzgläser jeweils einige ml verdünnter Salz-, Schwefel- und Salpetersäure sowie verdünnter Natronlauge und Ammoniakwasser. Hierzu gibt man jeweils wenige Tropfen der Lösungen folgender Indikatoren: Phenolphthalein, Methylrot, Methylorange und notiere, welche Farben die Lösungen annehmen.
2. Darstellung von Chlorwasserstoff [210/20]
3. **Chlorid-Nachweis als AgCl** [210/21]
4. **Chlorid-Nachweis als $[\text{Ag}(\text{NH}_3)_2]\text{Cl}$** [210/22]
5. Wasserentziehende Wirkung von konzentrierter H_2SO_4 [248/107]
6. Verhalten von H_2SO_4 gegen Zn [248/108]
7. **Sulfat-Nachweis als BaSO_4** [249/110]
8. Zink mit HNO_3 unterschiedlicher Konzentration [272/150]
Dieser Versuch darf nur im Abzug durchgeführt werden!
9. **Nitrat-Nachweis als $[\text{Fe}(\text{H}_2\text{O})_5\text{NO}]^{2+}$ (Ringprobe)** [273/152]
10. Nitrat-Nachweis als NH_3 [274/153]
11. **Nitrat-Nachweis mit Lunges-Reagenz** [274/154]
12. **Carbonat-Nachweis als BaCO_3** [289/176]
13. **Phosphat-Nachweis als $\text{Zr}(\text{HPO}_4)_2 \cdot 2 \text{H}_2\text{O}$** [283/171]
14. **Phosphat-Nachweis als MgNH_4PO_4** [283/172]

2. Tag

Üben der Analyse Nr. 1:

Ein Substanzgemisch enthält folgende Anionen: Cl^- , CO_3^{2-} , SO_4^{2-} , NO_3^- , PO_4^{3-} .

Der Nachweis der Anionen kann durch viele Metallionen, welche mit den nachzuweisenden Anionen schwerlösliche Salze bilden, gestört werden. Daher werden die meisten Anionen – mit Ausnahme von CO_3^{2-} (warum?) und einigen anderen – im Sodaauszug nachgewiesen.

Versuche:

15. Führen Sie mit einem Teil der Substanz einen **Sodauszug** durch:

Eine Spatelspitze der Substanz wird mit der 2-3 fachen Menge an wasserfreier Soda in etwa 50 - 100 ml Wasser aufgeschlämmt und ca. 10 min. zum Sieden erhitzt. Anschließend wird der Rückstand abfiltriert und im Filtrat nach jeweiligem Ansäuern auf die Anionen geprüft.

3. Tag

Analyse Nr. 1 - Anionen	
mögliche Anionen	Cl^- , SO_4^{2-} , NO_3^- , CO_3^{2-} , PO_4^{3-}
max. Punktzahl	5

4. Tag

Anmerkung zu Beginn der Kationenanalysen:

Es ist sinnlos, die Trennungsgänge - ohne sie verstanden zu haben - in der Art von Kochrezepten durchzuführen. Formulieren Sie für jedes Experiment die dazugehörige Reaktionsgleichung!

Versuche:

- | | |
|--|------------------|
| 16. Natrium-Nachweis durch Flammenfärbung | [475/610] |
| 17. Kalium-Nachweis durch Flammenfärbung | [478/613] |
| 18. Verhalten von Ammoniumsalzen gegen Basen | [486/624] |
| 19. Nachweis des Ammoniumions als NH_3 | [486/625] |
| 20. Magnesium-Nachweis als Magneson-Farblack | [497/646] |
| 21. Magnesium-Nachweis als Chinalizarin-Farblack | [497/647] |
| 22. Reaktion von Ca^{2+} mit Na_2CO_3 bzw. $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$ | [464/589] |
| 23. Calcium-Nachweis durch Flammenfärbung | [465/592] |
| 24. Calcium-Nachweis als $\text{CaSO}_4 \cdot 2 \text{H}_2\text{O}$ (Gips) | [465/595] |
| 25. Strontium-Nachweis durch Flammenfärbung | [467/598] |
| 26. Strontium-Nachweis als SrSO_4 | [468/599] |
| 27. Barium-Nachweis durch Flammenfärbung | [471/605] |
| 28. Barium-Nachweis als BaCrO_4 | [471/606] |
| 29. Barium-Nachweis als BaSO_4 | [472/607] |

Üben der Analyse Nr. 2:

Ein Substanzgemisch enthält folgende Kationen: Na^+ , K^+ , NH_4^+ , Mg^{2+} , Ca^{2+} , Sr^{2+} , Ba^{2+} .

Mg^{2+} , Ca^{2+} , Sr^{2+} , Ba^{2+} trennen und nachweisen, Na^+ , K^+ , NH_4^+ aus der Ursubstanz nachweisen.

Zu einer wässrigen Lösung der Substanz wird NH_4Cl und $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$ (jeweils fest) gegeben, das Gemisch wird kurz zum Sieden erhitzt. Es bildet sich ein weißer Niederschlag, der abzentrifugiert wird. Woraus besteht der Niederschlag?

Welches Ion befindet sich im Filtrat und wie kann es nachgewiesen werden?

Der Niederschlag wird in 3 - 5 Tropfen CH_3COOH (halbkonz.) gelöst, mit 5 Tropfen Wasser verdünnt und erhitzt. Anschließend erhöht man den pH-Wert mit Ammoniumacetat auf 5.

In der Hitze fällt bei Zugabe weniger Tropfen Chromat-Lösung ein gelber Niederschlag, der abzentrifugiert wird. Welches Salz fällt aus? Warum muss der pH-Wert > 4 sein?

Wie kann man das abgetrennte Kation identifizieren?

Zum Filtrat gibt man ca. 10 Tropfen Na_2CO_3 -Lösung und erhitzt kurz zum Sieden. Die Niederschläge werden zuerst mit Na_2CO_3 - chromatfrei und anschließend mit $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$ -Lösung Na^+ -frei gewaschen. Woraus besteht der Niederschlag?

Der Niederschlag wird mit wenig HCl (verdünnt) gelöst. Bei Zugabe von $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ -Lösung bildet sich ein weißer Niederschlag. Woraus besteht er?

Wie können die zwei noch verbleibenden Ionen identifiziert werden?

5. Tag

Analyse Nr. 2 - Lösliche und Ammoniumcarbonat-Gruppe	
mögliche Kationen	Na^+ , K^+ , NH_4^+ , Mg^{2+} , Ca^{2+} , Sr^{2+} , Ba^{2+}
max. Punktzahl	5

6. Tag

Alle Versuche, bei denen lt. Versuchsanleitung H_2S als Fällungsmittel verwendet wird, werden anstelle von H_2S mit einer 10 %-igen, wässrigen Thioacetamid-Lösung durchgeführt!

Versuche:

- | | |
|---|-------------------|
| 30. Phosphor- und Boraxsalzperle (nur Vorprobe) | [503] |
| Durchführung mit jeweils einer kleinen Menge eines Salzes der Metalle Kupfer, Cobalt, Nickel und Eisen. | |
| 31. Reaktion von Pb^{2+} mit HCl und Chloriden | [341/289] |
| 32. Reaktion von Pb^{2+} mit H_2S | [342/290] |
| 33. Reaktion von Pb^{2+} mit H_2SO_4 | [342/291] |
| 34. Blei-Nachweis als $PbCrO_4$ | [342/294] |
| 35. Reaktion von Ag^+ mit H_2S | [323/233] |
| 36. Silber-Nachweis als $AgCl$ | [324/237] |
| 37. Reaktion von Cu^{2+} mit KI | [351/310] |
| 38. Reaktion von Cu^{2+} mit NaOH | [351/313] |
| 39. Reaktion von Cu^{2+} mit Ammoniak | [352/315] |
| 40. Reaktion von Cu^{2+} mit H_2S | [352/316] |
| 41. Reaktion von Sn^{2+} mit NaOH | [378/376] |
| 42. Reaktion von Sn^{2+} mit H_2S | [378/378] |
| 43. Reaktion von Sn^{4+} mit H_2S | [379/383] |
| 44. Leuchtprobe (Vorprobe) | [377/d] |
| Das in die Probelösung zu tauchende Reagenzglas wird anstelle von reinem Wasser mit kalter $KMnO_4$ -Lösung gefüllt und anschließend in die nicht leuchtende Bunsenbrennerflamme gehalten. Eine blaue Fluoreszenz (und nicht die Spiegelung der bläulichen Flamme!) am Reagenzglas zeigt Sn an. | |
| 45. Reaktionen von $SbCl_4^-$ mit H_2O und Weinsäure | [371/362] |
| 46. Reaktion von Sb^{3+} mit H_2S | [372/364] |
| 47. Marsh'sche Probe mit Sb-Verbindungen | [371/360] |
| 48. Antimon-Nachweis durch Reduktion mit unedlen Metallen | [371/361a] |

Üben der Analyse Nr. 3 -Teil I HCl-Gruppe:

Zuerst die Anionen analysieren. Welche (im Salpetersauren) schwerlöslichen Ag^+ und Pb^{2+} -Verbindungen sind in Kombination mit den vier einfachen Anionen denkbar? Wie kann man diese schwerlöslichen Verbindungen lösen?

7. Tag

Üben der Analyse 3 – Teil II: H_2S -Gruppe:

Ein Substanzgemisch enthält Pb^{2+} , Cu^{2+} , Sb^{3+} , Sn^{2+}

Das Gemisch (höchstens eine Spatelspitze) wird in HCl (konz.) gelöst. Die fast eingedampfte Lösung wird mit Wasser auf 5 ml aufgefüllt. Die Lösung wird im Wasserbad erwärmt und tropfenweise TAA-Lösung zugefügt (ca. 2 - 5 ml, mindestens 10 min. erwärmen!). Welche Verbindungen fallen aus?

Der erhaltene Niederschlag wird einige Minuten mit ca. 2 ml LiOH/ KNO_3 -Lösung im Wasserbad digeriert, der Rückstand abzentrifugiert. Welche Verbindung löst sich und wie kann sie wieder ausgefällt und nachgewiesen werden?

Der Rückstand der LiOH/ KNO_3 -Behandlung wird vorsichtig in 1/3-konz. HNO_3 gelöst und anschließend mit 1 - 2 ml H_2SO_4 -Lösung versetzt. In einer Porzellanschale wird die Lösung auf 1 - 2 ml eingedampft (Abzug!) bis weiße Nebel entstehen. Der entstandene Niederschlag wird abzentrifugiert. Woraus besteht der Niederschlag und wie kann er nachgewiesen werden? Welche Ionen sind im Filtrat verblieben?

Das Filtrat versetzt man vorsichtig mit NH_3 -Lösung (konz.) bis pH-Wert 9 und filtriert den Niederschlag ab. Um welche Verbindung handelt es sich? Warum ist das Filtrat blau gefärbt? Wie können die Kationen nachgewiesen werden?

(entspricht dem Schema S. 55, *Gerdes*)

8. Tag

Analyse Nr. 3 – Salzsäure- und Schwefelwasserstoff-Gruppe	
mögliche Kationen	Ag^+ , Pb^{2+} , Cu^{2+} , Sb^{3+} , Sn^{2+}
max. Punktzahl	5

9. Tag

Versuche:

- | | | |
|------------|---|------------------|
| 49. | Löslichkeit von Aluminium | [411/463] |
| 50. | Reaktion von Al^{3+} mit NaOH oder KOH | [411/464] |
| 51. | Reaktion von Al^{3+} mit Ammoniak | [412/465] |
| 52. | Reaktion von Al^{3+} mit Urotropin | [412/467] |
| 53. | Aluminium-Nachweis als Thénards Blau | [412/470] |
| 54. | Aluminium-Nachweis als Alizarin S-Farblack | [413/472] |
| 55. | Reaktion von Zn^{2+} mit NaOH oder KOH | [397/427] |
| 56. | Reaktion von Zn^{2+} mit Ammoniak | [398/428] |
| 57. | Reaktion von Zn^{2+} mit Urotropin | [398/429] |
| 58. | Reaktion von Zn^{2+} mit H_2S | [398/432] |
| 59. | Zink-Nachweis als Rinmanns Grün | [398/433] |
| 60. | Reaktion von Fe^{2+} mit NaOH oder KOH | [403/439] |
| 61. | Reaktion von Fe^{2+} mit Urotropin | [403/441] |
| 62. | Reaktion von Fe^{2+} mit H_2S in saurer und ammoniakalischer Lösung | [404/443] |
| 63. | Reaktionen von Fe^{3+} mit NaOH, Ammoniak, Na_2CO_3 und Urotropin | [407/454] |
| 64. | Eisen-Nachweis als Berliner Blau | [408/460] |
| 65. | Eisen-Nachweis als $\text{Fe}(\text{SCN})_3$ | [409/461] |
| 66. | Reaktion von Cr^{3+} mit NaOH, Ammoniak, Na_2CO_3 und Urotropin | [421/485] |
| 67. | Oxidation von Cr(III) in alkalischer Lösung | [422/489] |
| 68. | Oxidation von Cr(III) in saurer Lösung | [422/490] |
| 69. | Chrom-Nachweis durch Oxidationsschmelze | [422/491] |
| 70. | Gleichgewicht zwischen CrO_4^{2-} , HCrO_4^- und $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$ | [422/492] |
| 71. | Reduktion von Cr(VI). - <i>Nur die Reaktion mit Ethanol durchführen!</i> | [424/493] |
| 72. | Chrom-Nachweis als Chromperoxid $\text{CrO}(\text{O}_2)_2$ | [425/497] |
| 73. | Kryolith-Probe: | |

Der in Versuch 411/464 entstandene Niederschlag wird abzentrifugiert und mehrfach mit Wasser alkalifrei gewaschen. Das Waschwasser wird dazu in Proben wässriger Phenolphthaleinlösung, die bis zur Violettfärbung tropfenweise mit NH_3 (verd.) versetzt und mit einem Tropfen HCl (verd.) wieder entfärbt wurde, getropft. Färben sich die Proben nicht mehr violett, wird eine mit festem NaF versetzte Phenolphthaleinlösung über den farblosen Niederschlag gegeben. Im Verlauf weniger Sekunden färbt sich der Niederschlag violett. Formulieren Sie die Reaktionsgleichungen!

- | | |
|--|-------------------|
| 74. Reaktion von Co^{2+} mit NaOH oder KOH | [387/404] |
| 75. Reaktion von Co^{2+} mit Ammoniak | [387/405] |
| 76. Reaktion von Co^{2+} mit H_2S | [388/408] |
| 77. Cobalt-Nachweis als $\text{Co}(\text{SCN})_2$ bzw. $\text{H}_2[\text{Co}(\text{SCN})_4]$ | [388/410] |
| 78. Reaktion von Ni^{2+} mit NaOH | [384/395] |
| 79. Reaktion von Ni^{2+} mit Ammoniak | [384/396] |
| 80. Reaktion von Ni^{2+} mit H_2S | [384/400] |
| 81. Nickel-Nachweis als Bis(dimethylglyoximato)nickel | [385/402] |
| 82. Reaktion von Mn^{2+} mit H_2S | [394/421] |
| 83. Reduktion des Permanganats in schwefelsaurer Lösung
<i>Nur die Reaktionen mit FeSO_4, H_2O_2 und $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$ durchführen!</i> | [394/422a, f, h] |
| 84. Mangan-Nachweis durch Oxidationsschmelze | [395/424] |
| 85. Mangan-Nachweis durch Oxidation zu MnO_4^-
<i>Nur die Oxidation in saurer Lösung mit PbO_2 durchführen!</i> | [396/425a] |

Üben der Analyse Nr. 4:

Fe^{3+} , Al^{3+} , Cr^{3+} , Ni^{2+} , Mn^{2+} , Zn^{2+} trennen und nachweisen,

Co^{2+} als Kobaltperle aus der Ursubstanz.

Ein Stoffgemisch enthält folgende Ionen: Fe^{3+} , Al^{3+} , Cr^{3+} , Ni^{2+} , Mn^{2+} , Zn^{2+} .

Das Gemisch (höchstens eine Spatelspitze) wird in HCl (verd.) gelöst. Anschließend werden einige Tropfen konz. $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$ -Lösung zugegeben bis eine bleibende Trübung entsteht. Diese wird mit HCl (verd.) wieder gelöst (hier sollte der pH-Wert 3 - 5 sein und die Lösung klar). In der Hitze werden einige ml Urotropinlösung zugegeben und der entstandene Niederschlag abzentrifugiert. Was fällt bei der Zugabe von $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$ als erstes aus?

a) Niederschlag der Urotropinfällung:

Welche Zusammensetzung hat der Niederschlag der Urotropinfällung?

Der Niederschlag wird in wenig HCl (verd.) gelöst, evtl. mit Wasser auf das 1,5-fache verdünnt. In einer Porzellanschale werden 3 Plätzchen KOH mit etwa 5 Tropfen konz. H_2O_2 übergossen und erhitzt. Die Probelösung wird in diese alkalische H_2O_2 -Lösung gegossen und zum Sieden erhitzt. Die Lösung muss stark alkalisch sein. Überprüfen Sie den pH-Wert! Nach Abkühlen wird der Niederschlag abzentrifugiert, in HCl (verd.) gelöst und mit einer geeigneten Nachweisreaktion identifiziert.

Welches Kation wird ausgefällt? Welche Nachweisreaktionen kommen in Frage? In welcher Form bleiben andere Kationen in Lösung? Was zeigt ein gelbes Filtrat an?

Das Filtrat wird vorsichtig mit HCl (konz.) neutralisiert, mit 5 - 10 Tropfen Essigsäure angesäuert und tropfenweise mit Bariumacetat-Lösung versetzt. Die eintretende gelbe Fällung ist der Nachweis für welches Kation? Dieser Niederschlag wird abzentrifugiert.

Welches Kation bleibt in Lösung? Wie wird es nachgewiesen? (Reaktionsgleichungen)

b) Filtrat der Urotropinfällung:

Zum Filtrat der Urotropinfällung werden einige ml NH_3 -Lösung und wenige ml TAA-Lösung gegeben. Das Gemisch wird einige Minuten zum Sieden erhitzt. Der Niederschlag wird abzentrifugiert. Welche Verbindungen fallen aus?

Der Niederschlag wird abzentrifugiert und in HCl (verd.) überführt. Welche Niederschläge gehen wieder in Lösung?

Der Rückstand wird abzentrifugiert und in HCl (verd.) / H_2O_2 zum Sieden erhitzt. Das überschüssige H_2O_2 wird verkocht, der pH-Wert mit NH_3 -Lösung (verd.) erhöht und das Kation nachgewiesen. Um welches Kation handelt es sich und welcher Nachweis ist geeignet?

Das Filtrat (enthält noch zwei Kationen) wird bis zur stark alkalischen Reaktion mit NaOH versetzt, der erhaltene Niederschlag wird abzentrifugiert und nachgewiesen. Wie lauten die Reaktionsgleichungen bei diesem Trennschritt? Um welches Ion handelt es sich, welcher Nachweis ist geeignet?

Das Filtrat wird mit Essigsäure auf pH = 5 gebracht und erneut mit TAA-Lösung versetzt und zum Sieden erhitzt. Wie kann das noch verbliebene Ion im Niederschlag nachgewiesen werden?

(entspricht den Schemata S. 80 und 83, *Gerdas*)

11. Tag

Analyse Nr. 4 – Ammoniumsulfid- und Urotropin-Gruppe	
mögliche Kationen	Fe^{3+} , Al^{3+} , Cr^{3+} , Ni^{2+} , Co^{2+} , Mn^{2+} , Zn^{2+}
max. Punktzahl	5

12. bis 15. Tag

Analyse Nr. 6 – Kationen	
mögliche Kationen	alle der Analysen Nr. 1 bis 4
max. Punktzahl	10

16. Tag

Analytische Arbeiten abschließen, letzte Möglichkeit der Protokollabgabe;

Arbeitsplätze in den Wäge- und Spektroskopieräumen reinigen!

Eigene Arbeitsplätze und Geräte reinigen, defekte bzw. fehlende Geräte ersetzen, dazu zunächst Geräte in Raum 332 bezahlen (Mo - Do, 10.30 – 11.30 und 14.00 – 15.00 Uhr), anschließend Geräte in der Chemikalienausgabe (Raum –104) abholen, danach Arbeitsplatzausstattung vervollständigen.

Alle Behälter für Sonderabfälle im Sonderabfallzwischenlager der Universität (Geb. Nr. 30.93) vollständig entleeren.

Platzabgabe

Die Laborplatzausrüstung wird vom Institut gestellt. Für die Arbeiten im Labor muss jedoch noch folgendes Verbrauchsmaterial besorgt werden:

- 10 Reagenzgläser (*Duran*); Ø 16 mm, l = 160 mm, dazu 2 passende Gummistopfen
- 5 Reagenzgläser (*Duran*), Ø 12 mm, l = 100 mm, dazu 2 passende Gummistopfen
- 4 Zentrifugengläser (*Duran*)
- 3 Magnesiarrinnen
- 3 Magnesiastäbchen
- 1 Platindraht
- 1 Reagenzglasklammer
- 2 Reagenzglasbürsten (passend für o. g. Reagenzgläser)
- pH-Indikatorpapier (pH 1 ... 11)
- 15 Pasteurpipetten mit 2 passenden Saughilfen (Gummisauger)
- 2 - 3 Glasstäbe (Ø 2 - 3 mm, l ≈ 250 mm)
- 3 PE-Schraubflaschen, 50 ml
- 8 PE-Tropfflaschen, 50 ml
- 1 Sicherheits-Pipettierball (Peleusball)

Bezugsquellen: LHG Laborgeräte Handelsgesellschaft
Gottesauer Str. 28
76131 Karlsruhe

Glasbläserei H.&K. Paris
Am Künstlerhaus 51
76131 Karlsruhe

evtl. auch über Sammelbestellung (Fachschaft?) oder von Studierenden höherer Semester

Weiterhin werden benötigt: 1 Labormantel (Baumwolle!)
1 Paar (Haushalts-) Gummihandschuhe
2 Vorhängeschlösser
Spül-/Scheuermittel zur Reinigung der Glasgeräte
Wischtücher, Seife, Handtuch