

Anorganisch-Chemisches Praktikum 2023 für Studierende der MWT und TVWL Einführung und Ablauf des Praktikums

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, wer...?

- Das Praktikum dauert zwei Wochen: 18-29. Sept. 2022.
- Es findet im Praktikumssaal 113 im AOC statt.
- Das Praktikumssaal hat täglich 09:00-12:00 und 13:00-18:00 geöffnet.
- Alle Seminare finden im Seminarraum 201 (AOC) statt.
- Die Zeitplan zum Praktikum ist auf der Webseite zu finden:
<http://www.aoc.kit.edu/2102.php>

Inhalt des Praktikums: (a) Qualitative Analyse

Qualitative Analyse von 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-}

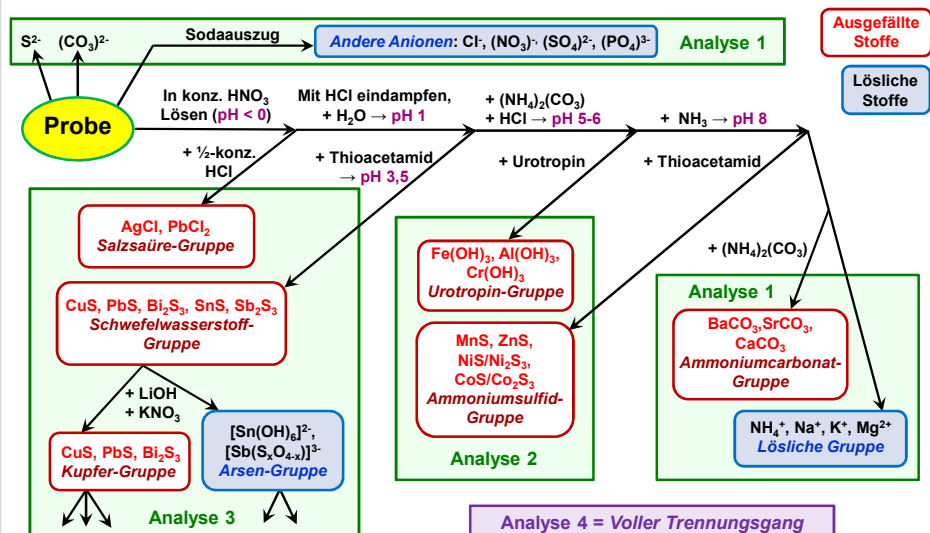
„Für jedes Ion gibt's einen Nachweis...“ Wenn es nur so einfach wäre!

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

Oft muss man zuerst die Kationen voneinander **trennen**.

Im Praktikum werden Sie einen klassischen **Trennungsgang** machen,
die Ionen in einer Probe sicher zu bestimmen.

Inhalt des Praktikums: (a) Qualitative Analyse



Inhalt des Praktikums: (a) Qualitative Analyse



Teilanalysen (1-3): jeweils 1 Tag, die Nachweise zu üben
danach 1 Tag für die Analyse einer unbekannt Probe

Analyse 1: Anionen Lösliche Kationen Ammoniumcarbonat-Gruppe	Übung 1 Tag Analyse 1 Tag
Analyse 2: Ammoniumsulfid-Gruppe Urotropin-Gruppe	Übung 1 Tag Analyse 1 Tag
Analyse 3: H ₂ S-Gruppe HCl-Gruppe	Übung 1 Tag Analyse 1 Tag
Analyse 4: Voller Trennungsgang (alle Kationen und Anionen möglich!)	Analyse 2 Tage

Inhalt des Praktikums: (c) Seminare



Heute (im Anschluss):	<i>Sicherheitsunterweisung</i>
Heute 11:15:	<i>Analyse 1</i>
Mittwoch, 20. Sept., 08:00:	<i>Analyse 2</i>
Freitag, 22. Sept., 08:00:	<i>Analyse 3</i>
Montag, 25. Sept., 08:00:	<i>Analyse 4 (Vollanalyse)</i>

Alle Seminare hier im **Seminarraum 101**

Seminare als pdf-Dateien unter www.aoc.kit.edu „Studium und Lehre“
www.aoc.kit.edu/2102.php

Proben zu den Analysen

WICHTIG: Vor jeder Analyse!

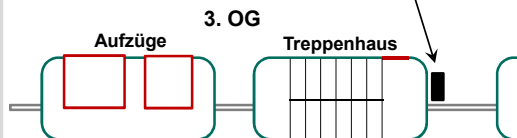
Ihre *leere und saubere* Wägedose (bzw. Meßkolben für Quanti) müssen

- lesbar beschriftet
- bis 10:00 am Arbeitstag *vor* der Analyse
- auf dem Tisch vor Labor 306

abgegeben werden!

Gruppennummer,
nicht
Platznummer!

Name
Gruppennummer
Analysennummer
(Probesubstanz)



Probeausgabe erfolgt bis
09:00 am Tag der Analyse.

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.
- Kleine Fehler: „*Bitte weiter vorlegen!*“
- *Durchführung der Analyse nur nach erfolgreicher Kontrolle des Vorprotokolls!*

Mustervorprotokoll

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

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

1. Wasserentziehende Wirkung von konz. H_2SO_4

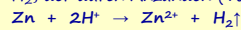
Man werfe einen Holzspan in konz. H_2SO_4 . Er schwärzt sich langsam, schneller bei gelindem Erwärmen. Die Cellulose wird durch Dehydratation zersetzt; Kohlenstoff entsteht:



2. Verhalten von H_2SO_4 gegen Zn:

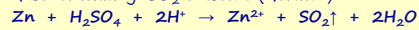
(a) verdünnte H_2SO_4 (wirkt sauer):

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....

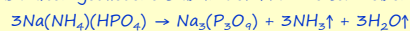
Mustervorprotokoll

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, $Na(NH_4)(HPO_4)$, tauchen. Das haften gebliebene Salz in der Flamme schmelzen lassen, bis sich keine Gas-Blasen mehr entwickeln:

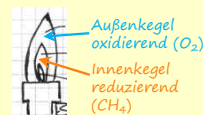


Die erkaltete, mit Wasser befeuchtete Perle in die Probe tauchen. Perle und Probe in der Oxidations- oder Reduktionszone der Flamme zusammenschmelzen:



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



USW....

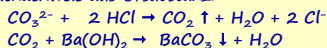
Mustervorprotokoll

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 Sodaauszug

- Carbonatnachweis aus Ursubstanz:

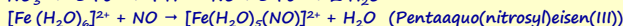
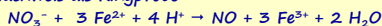


Eine Spatelspitze der Ursubstanz wird in ein Reagenzglas gegeben und mit verd. HCl versetzt. Gleich nach dem Zutropfen der Salzsäure wird ein mit $Ba(OH)_2$ -Lösung (Barytwasser) gefülltes Gärröhrchen aufgesetzt. Das Reagenzglas wird dann im Wasserbad erwärmt. Die Bildung einer weißen Trübung innerhalb 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 Sodaauszugs werden im Reagenzglas mit verd. H_2SO_4 angesäuert. Dazu gibt man ca. 2 mL einer kalt gesättigten, mit 1 Tropfen verdünnter $H_2SO_{4(aq)}$ angesäuerten $FeSO_4$ -Lösung. Dann unterschichtet man vorsichtig mit konz. $H_2SO_{4(aq)}$. An der Phasengrenze der beiden Flüssigkeitsschichten bildet sich ein brauner bis amethystfarbener Ring.

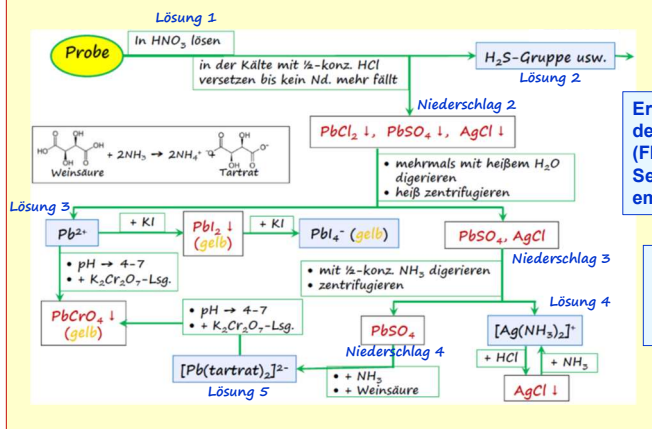
USW....

Mustervorprotokoll

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

Trennungsgang der Salzsäuregruppe

Zu Analysierende Kationen: Ag^+ , Pb^{2+}

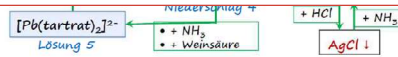


Ergänzung der Texte mit der schematischen Ablauf (Flußdiagramm aus den Seminarfolien) ist immer empfehlenswert!

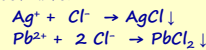
Auch empfehlenswert ist die Lösungen und Niederschläge zu nummerieren.

Mustervorprotokoll

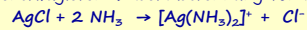
4. Trennungsgänge (z.B. hier Salzsäure-Gruppe aus Analyse 3):



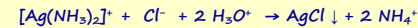
1 Spatelspitze Ursubstanz in 3 mL halbkonzentrierter HNO_3 lösen (Lösung 1): wenn ungelöster Niederschlag, diesen abtrennen und auf Blei prüfen (Niederschlag 1). Lösung in der Kälte mit halbkonz. HCl versetzen bis kein Niederschlag mehr fällt. Niederschlag (2) abzentrifugieren, Lösung (2) für eventuelle weitere Analyse im Trennungsgang gut aufbewahren!



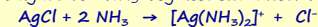
Niederschlag 2 mit heißem Wasser mehrmals digerieren, übrigen Niederschlag (3) von Lösung (3) heiß abzentrifugieren. Dabei Abtrennung von Pb von $\{\text{Ag} + \text{restlichem PbSO}_4\}$. Niederschlag 3 mit halbkonz. NH_3 digerieren, übrigen Niederschlag (4) von Lösung (4) abzentrifugieren. Dabei Abtrennung von Ag von Pb !



Aus Lösung 4 Silbernachweis: Wenn bei Ansäuern mit HCl ein weißer Niederschlag entsteht, deutet dies auf Silber.



Bei Zugabe von NH_3 -Lsg. löst sich dieser Niederschlag wieder.



USW....

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....

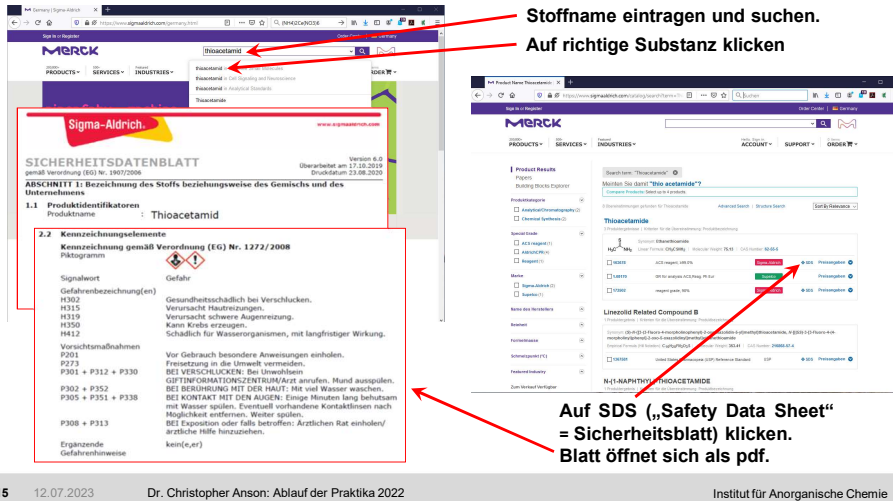
Mehr zum Thema in der Sicherheitsanweisung!

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/germany ist besser:



Stoffname eintragen und suchen.
Auf richtige Substanz klicken

Auf SDS („Safety Data Sheet“ = Sicherheitsblatt) klicken.
Blatt öffnet sich als pdf.

Sicherheitsdatenblatt
Version: 6.0
gemäß Verordnung (EC) Nr. 1907/2006
Druckdatum: 23.08.2020
Überarbeitet am: 23.08.2020

ABSCHNITT I: Bezeichnung des Stoffs beziehungsweise des Gemischs und des Unternehmens

1.1 Produktidentifikatoren
Produktname: Thioacetamid

1.2 Kennzeichnungselemente
Kennzeichnung gemäß Verordnung (EG) Nr. 1272/2008
Piktogramm

Signalwort	Gefahr
H302	Gesundheitsschädlich bei Verschlucken.
H315	Verursacht Hautreizungen.
H319	Verursacht schwere Augenreizung.
H330	Kann Krebs erzeugen.
H412	Schädlich für Wasserorganismen, mit langfristiger Wirkung.

Vorsichtsmaßnahmen
P201
P273
P301 + P312 + P330
P302 + P352
P305 + P351 + P338
P308 + P313

Ergänzende Gefahrenhinweise
kein(e,r)

Vorprotokoll: die richtige Entsorgung

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

- Schwermetallsalze und ihre Lösungen: (**angesäuert**) im **Schwermetallkanister**
- Organische (halogenfreie) Lösemittel: im **Lösemittelkanister**
- Feststoffe (z.B. Filterpapiere und Magnesiumrinne): im **Feststoffkanister**

Kleine Mengen folgender Stoffe dürfen **in den Ausguss** entsorgt werden:

- Verd. Säuren und Basen: mit Wasser **gut verdünnt** in den Ausguss
- Chlorid-, Nitrat- und Sulfat-Salze von Na^+ , K^+ , Mg^{2+} und Ca^{2+} : mit Wasser **gut verdünnt** in den Ausguss

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

Auch Stoffe, die **Produkte** eines Nachweises sind, müssen entsorgt werden!

z.B. AgCl vom Chlorid-Nachweis:

Wir brauchen die H- und P-Sätze und Entsorgung auch für AgCl !

Mustervorprotokoll

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

- **konzentrierte Salzsäure** (siehe Analyse 1) ←
- **Natriumcarbonat „Soda“** (Na_2CO_3): 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 Ausguss
- **Natriumsulfat** (Na_2SO_4): keine H- oder P-Sätze
Entsorgung: Lösungen gut verdünnt in den Ausguss
- **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 Ausguss ←

In früheren Analysen schon verwendeten Chemikalien brauchen keine Liste von H- und P-Sätze!

Alle H- und P-Sätze jeder neuen Chemikalie müssen ausgeschrieben werden!

Entsorgung nicht vergessen!

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

Datum:

Unterschrift:

← Wichtig: Erklärung unterschreiben!

Vorprotokoll

„Bei der Kontrolle meines Vorprotokolls, können die Assistenten sicher sein, dass:

- a) ich weiß, wie ich die Übungen/Vorproben/Analyse durchführen soll?
- b) ich die dazugehörige Chemie verstehe?
- c) ich die möglichen Gefahren der verwendeten Chemikalien verstehe?
- d) ich weiß, wie man diese Gefahren vermeiden/minimieren soll?“

- Vorprotokolle zur Analyse 1 werden nach dem Platzausgabe am Montag Vormittag zur Kontrolle abgegeben werden.
- Vorprotokolle zu den späteren Analysen können jederzeit im Labor kontrolliert werden...

Ein **Mustervorprotokoll** steht auf den Praktikumswebseiten (Name: AOC, Kennwort: chemieistsuper)

Hauptprotokoll

Hauptprotokoll

= Vorprotokoll + Beobachtungen + Ergebnisse

- Wird im Labor (von *jedem* Student) während/kurz nach der Analyse erledigt und sofort eingegeben.
- Ihre Ergebnisse werden von den Assistenten benotet!
- Tipp: Wenn man die Beobachtungen *sofort* und *ausführlich* aufschreibt, gibt es bessere Chancen auf die richtigen Ergebnisse...

Protokolle

Das „Vorprotokoll 1“ Problem:

- z.B. 40 Studierende = 40 Vorprotokolle
- Kontrolle eines Vorprotokolls = 5-10 Minuten
d.h. 2 Assistenten brauchen 2-4 Stunden, alle Protokolle zu kontrollieren...

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

Die Lösung:

Vorprotokolle zur Analyse 1 sollen nach dem Platzausgabe (bis 14:00) zur Kontrolle abgegeben werden!

Dann können Sie am ersten Labortag rechtzeitig anfangen!

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

Notenzettel

Gruppe	Platz	Name	Vorname	Matrikelnr.				
99	99	Student	Markus	1234567	XYZ	= A		
		Studentin	Irina	7654321	XYZ	= B		
		Vorprotokoll (max. 4)		Analyse	Fehler	Punkte (max.)	Gesamtpunkte	
		A	B			A	B	
1	2	3	1, 10, 81	- Sr ²⁺	12 (14)	14	15	
2	3	4	32, 81	keine	8 (8)	11	12	
3	4	4	1, 2, 46, 47, 59	- Bi ³⁺ , + Cu ²⁺	4 (8)	8	8	
4	4	4	9, 19, 59, 78	- Ag ⁺ , -SO ₄ ²⁻	10 (14)	14	14	
						Σ =	47	49

A	47 / 60	2,3	0-30	31-33	34-36	37-39	40-42	43-45	46-48	49-51	52-54	55-57	58-60
B	49 / 60	2,0	5,0	4,0	3,7	3,3	3,0	2,7	2,3	2,0	1,7	1,3	1,0

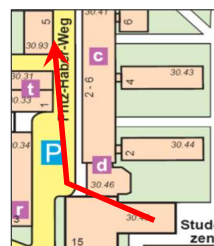
Das Praktikum wird für TVWL (und MWT ab 2023!) benotet.

MWT in 2022: Das Praktikum wird mit einer Gesamtpunktzahl von 31/60 (und mind. 2 Punkte von jeweils Analyse 3 und 4) bestanden!

Abfallentsorgung usw.

Sonderabfälle (gefüllte Kanister usw.) werden im Zentralen Sonderabfallzwischenlager des KIT (Geb. 30.93) abgegeben:

Freitag. 22. Sept, 13:00
 Freitag. 29. Sept, 13:00



Vor Ende jedes Arbeitstages (17:45-18:00 Uhr, nicht später!)

- sind alle Wasser- und Gashähne zu schließen und alle elektrische Geräte auszuschalten.
- müssen die Arbeitsflächen geräumt und gereinigt werden
- die Abfallbehälter müssen geleert werden (⇒ Container vor dem Institut).

„Saaldienst“:

Ein täglicher Dienstplan wird von den Assistenten organisiert!

Wichtige Einrichtungen



Chemikalienausgabe: -104, Mo-Fr, 12:30-14:00, Chemikalien (nur gegen Unterschrift vom Assistenten) und Glasgeräte (nur gegen Beleg)

Glasbläserei: -101, Mo-Do, 13:00-15:00, kleinere Reparaturen von Glasgeräten (Unterschrift von Assistenten)

Mechanische Werkstatt: -112, Mo-Do, 13:00-15:00, Reparatur technischer Einrichtungen (Unterschrift von Assistenten)

Elektrische Werkstatt: -122, Do, 13:00-15:00, Reparaturen elektrischer Geräte (Unterschrift von Assistenten)

Institutsverwaltung: 332, Mo-Do, 13:00-15:00, Bezahlung gebrochener Artikel der Arbeitsplatzausstattung

Wie geht's weiter?



- Im Anschluss: Sicherheitsbelehrung (Unterschrift nötig!)
- 11:15: Seminar „Analyse 1“
- 13:00: Platzausgabe im Saal 207
- Vorprotokoll zur Analyse 1 abgeben und kontrollieren lassen
- Praktikumssaal ab 09:00 morgen geöffnet...

Und nicht vergessen - am letzten Tag:

- **Platzrückgabe** (alles gereinigt, vollzählig, unbeschädigt!)
- **Abgabe aller Protokolle** (gelten als Prüfungen)
- **Laborputz!**

d.h. **Anwesenheitspflicht:** ohne Unterschrift von einem Assistenten wird das Praktikum nicht bestanden...

Ziele des Praktikums

- Ihre Grundkenntnisse im Fach Anorganische Chemie durch die praktische Arbeit im Labor zu vertiefen
- Eine saubere und ordentliche Arbeitsweise im Labor zu entwickeln (wichtig für spätere Hauptfachpraktika!)
- Zu lernen und erfahren wie man mit Gefahrstoffe im Labor sicher umgehen soll
- „Dieses Chemie-Praktikum hat mir eigentlich Spaß gemacht!“

Viel Erfolg (und auch Spaß!) beim Praktikum...



Jetzt – kurze Pause vor der Sicherheitseinweisung!