

## **Anorganisch-chemisches Praktikum für Studierende der Chemischen 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:**

<b>Mo</b>	<b>07:45 - 08:30 Uhr</b>	<b>Neue Chem Geb 30.46</b>
<b>Do</b>	<b>07:45 - 08:30 Uhr</b>	<b>Criegee HS (R104) Geb 30.41</b>
<b>Do</b>	<b>14:00 - 15:30 Uhr</b>	<b>HS III (R105) Geb 30.41</b>

Weitere wichtige Daten und Termine können zum Teil auch in den Aushängen (3. OG, gegenüber dem Aufzug) und unter <http://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  $\text{H}_2\text{SO}_4$  [248/107]
6. Verhalten von  $\text{H}_2\text{SO}_4$  gegen Zn [248/108]
7. **Sulfat-Nachweis als  $\text{BaSO}_4$**  [249/110]
8. Zink mit  $\text{HNO}_3$  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  $\text{NH}_3$  [274/153]
11. **Nitrat-Nachweis mit Lunges-Reagenz** [274/154]
12. **Carbonat-Nachweis als  $\text{BaCO}_3$**  [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  $\text{MgNH}_4\text{PO}_4$**  [283/172]

## 2. Tag

Üben der Analyse Nr. 1:

Ein Substanzgemisch enthält folgende Anionen:  $\text{Cl}^-$ ,  $\text{CO}_3^{2-}$ ,  $\text{SO}_4^{2-}$ ,  $\text{NO}_3^-$ ,  $\text{PO}_4^{3-}$ .

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  $\text{CO}_3^{2-}$  (warum?) und einigen anderen – im Sodaauszug nachgewiesen.

Versuche:

15. Führen Sie mit einem Teil der Substanz einen **Sodaauszug** 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	$\text{Cl}^-$ , $\text{SO}_4^{2-}$ , $\text{NO}_3^-$ , $\text{CO}_3^{2-}$ , $\text{PO}_4^{3-}$
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. <b>Natrium-Nachweis durch Flammenfärbung</b>   | <b>[475/610]</b> |
| 17. <b>Kalium-Nachweis durch Flammenfärbung</b>  | <b>[478/613]</b> |
| 18. Verhalten von Ammoniumsalzen gegen Basen   | [486/624]        |
| 19. <b>Nachweis des Ammoniumions als NH<sub>3</sub></b>  | <b>[486/625]</b> |
| 20. <b>Magnesium-Nachweis als Magneson-Farblack</b>  | <b>[497/646]</b> |
| 21. <b>Magnesium-Nachweis als Chinalizarin-Farblack</b>  | <b>[497/647]</b> |
| 22. Reaktion von Ca <sup>2+</sup> mit Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> bzw. (NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> | [464/589]        |
| 23. <b>Calcium-Nachweis durch Flammenfärbung</b>   | <b>[465/592]</b> |
| 24. <b>Calcium-Nachweis als CaSO<sub>4</sub> · 2 H<sub>2</sub>O (Gips)</b>   | <b>[465/595]</b> |
| 25. <b>Strontium-Nachweis durch Flammenfärbung</b>   | <b>[467/598]</b> |
| 26. Strontium-Nachweis als SrSO <sub>4</sub>   | [468/599]        |
| 27. <b>Barium-Nachweis durch Flammenfärbung</b>  | <b>[471/605]</b> |
| 28. <b>Barium-Nachweis als BaCrO<sub>4</sub></b>   | <b>[471/606]</b> |
| 29. <b>Barium-Nachweis als BaSO<sub>4</sub></b>  | <b>[472/607]</b> |

## Üben der Analyse Nr. 2:

Ein Substanzgemisch enthält folgende Kationen:  $\text{Na}^+$ ,  $\text{K}^+$ ,  $\text{NH}_4^+$ ,  $\text{Mg}^{2+}$ ,  $\text{Ca}^{2+}$ ,  $\text{Sr}^{2+}$ ,  $\text{Ba}^{2+}$ .

$\text{Mg}^{2+}$ ,  $\text{Ca}^{2+}$ ,  $\text{Sr}^{2+}$ ,  $\text{Ba}^{2+}$  trennen und nachweisen,  $\text{Na}^+$ ,  $\text{K}^+$ ,  $\text{NH}_4^+$  aus der Ursubstanz nachweisen.

Zu einer wässrigen Lösung der Substanz wird  $\text{NH}_4\text{Cl}$  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  $\text{CH}_3\text{COOH}$  (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  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ -Lösung und erhitzt kurz zum Sieden. Die Niederschläge werden zuerst mit  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ -chromatfrei und anschließend mit  $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$ -Lösung  $\text{Na}^+$ -frei gewaschen. Woraus besteht der Niederschlag?

Der Niederschlag wird mit wenig  $\text{HCl}$  (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. und 6. Tag

<b>Analyse Nr. 2 - Lösliche und Ammoniumcarbonat-Gruppe</b>	
mögliche Kationen	$\text{Na}^+$ , $\text{K}^+$ , $\text{NH}_4^+$ , $\text{Mg}^{2+}$ , $\text{Ca}^{2+}$ , $\text{Sr}^{2+}$ , $\text{Ba}^{2+}$
max. Punktzahl	<b>5</b>

## 7. 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  $\text{Ag}^+$  und  $\text{Pb}^{2+}$ -Verbindungen sind in Kombination mit den vier einfachen Anionen denkbar? Wie kann man diese schwerlöslichen Verbindungen lösen?

## Üben der Analyse 3 – Teil II: $\text{H}_2\text{S}$ -Gruppe:

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

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/ $\text{KNO}_3$ -Lösung im Wasserbad digeriert, der Rückstand abzentrifugiert. Welche Verbindung löst sich und wie kann sie wieder ausgefällt und nachgewiesen werden?

Der Rückstand der LiOH/ $\text{KNO}_3$ -Behandlung wird vorsichtig in 1/3-konz.  $\text{HNO}_3$  gelöst und anschließend mit 1 - 2 ml  $\text{H}_2\text{SO}_4$ -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  $\text{NH}_3$ -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. und 9. Tag

<b>Analyse Nr. 3 – Salzsäure- und Schwefelwasserstoff-Gruppe</b>	
mögliche Kationen	$\text{Ag}^+$ , $\text{Pb}^{2+}$ , $\text{Cu}^{2+}$ , $\text{Sb}^{3+}$ , $\text{Sn}^{2+}$
max. Punktzahl	<b>5</b>

## 10. Tag

Versuche:

- |     |   |                  |
|-----|---|------------------|
| 49. | Löslichkeit von Aluminium   | [411/463]        |
| 50. | Reaktion von $\text{Al}^{3+}$ mit NaOH oder KOH   | [411/464]        |
| 51. | Reaktion von $\text{Al}^{3+}$ mit Ammoniak  | [412/465]        |
| 52. | Reaktion von $\text{Al}^{3+}$ mit Urotropin   | [412/467]        |
| 53. | <b>Aluminium-Nachweis als Thénards Blau</b>   | <b>[412/470]</b> |
| 54. | <b>Aluminium-Nachweis als Alizarin S-Farblack</b>   | <b>[413/472]</b> |
| 55. | Reaktion von $\text{Zn}^{2+}$ mit NaOH oder KOH   | [397/427]        |
| 56. | Reaktion von $\text{Zn}^{2+}$ mit Ammoniak  | [398/428]        |
| 57. | Reaktion von $\text{Zn}^{2+}$ mit Urotropin   | [398/429]        |
| 58. | Reaktion von $\text{Zn}^{2+}$ mit $\text{H}_2\text{S}$  | [398/432]        |
| 59. | <b>Zink-Nachweis als Rinmanns Grün</b>  | <b>[398/433]</b> |
| 60. | Reaktion von $\text{Fe}^{2+}$ mit NaOH oder KOH   | [403/439]        |
| 61. | Reaktion von $\text{Fe}^{2+}$ mit Urotropin   | [403/441]        |
| 62. | Reaktion von $\text{Fe}^{2+}$ mit $\text{H}_2\text{S}$ in saurer und ammoniakalischer Lösung    | [404/443]        |
| 63. | Reaktionen von $\text{Fe}^{3+}$ mit NaOH, Ammoniak, $\text{Na}_2\text{CO}_3$ und Urotropin      | [407/454]        |
| 64. | <b>Eisen-Nachweis als Berliner Blau</b>   | <b>[408/460]</b> |
| 65. | <b>Eisen-Nachweis als <math>\text{Fe}(\text{SCN})_3</math></b>                                  | <b>[409/461]</b> |
| 66. | Reaktion von $\text{Cr}^{3+}$ mit NaOH, Ammoniak, $\text{Na}_2\text{CO}_3$ 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. | <b>Chrom-Nachweis durch Oxidationsschmelze</b>  | <b>[422/491]</b> |
| 70. | Gleichgewicht zwischen $\text{CrO}_4^{2-}$ , $\text{HCrO}_4^-$ und $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$ | [422/492]        |
| 71. | Reduktion von Cr(VI). - <b>Nur die Reaktion mit Ethanol durchführen!</b>                        | [424/493]        |
| 72. | <b>Chrom-Nachweis als Chromperoxid <math>\text{CrO}(\text{O}_2)_2</math></b>                    | <b>[425/497]</b> |
| 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  $\text{NH}_3$  (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 $\text{Co}^{2+}$ mit NaOH oder KOH  | [387/404]         |
| 75. Reaktion von $\text{Co}^{2+}$ mit Ammoniak   | [387/405]         |
| 76. Reaktion von $\text{Co}^{2+}$ mit $\text{H}_2\text{S}$   | [388/408]         |
| 77. <b>Cobalt-Nachweis als <math>\text{Co}(\text{SCN})_2</math> bzw. <math>\text{H}_2[\text{Co}(\text{SCN})_4]</math></b>  | <b>[388/410]</b>  |
| 78. Reaktion von $\text{Ni}^{2+}$ mit NaOH   | [384/395]         |
| 79. Reaktion von $\text{Ni}^{2+}$ mit Ammoniak   | [384/396]         |
| 80. Reaktion von $\text{Ni}^{2+}$ mit $\text{H}_2\text{S}$   | [384/400]         |
| 81. <b>Nickel-Nachweis als Bis(dimethylglyoximato)nickel</b>   | <b>[385/402]</b>  |
| 82. Reaktion von $\text{Mn}^{2+}$ mit $\text{H}_2\text{S}$   | [394/421]         |
| 83. Reduktion des Permanganats in schwefelsaurer Lösung<br><i>Nur die Reaktionen mit <math>\text{FeSO}_4</math>, <math>\text{H}_2\text{O}_2</math> und <math>\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}</math> durchführen!</i> | [394/422a, f, h]  |
| 84. <b>Mangan-Nachweis durch Oxidationsschmelze</b>  | <b>[395/424]</b>  |
| 85. <b>Mangan-Nachweis durch Oxidation zu <math>\text{MnO}_4^-</math></b><br><i>Nur die Oxidation in saurer Lösung mit <math>\text{PbO}_2</math> durchführen!</i>  | <b>[396/425a]</b> |

Üben der Analyse Nr. 4:

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

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

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

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.  $\text{H}_2\text{O}_2$  übergossen und erhitzt. Die Probelösung wird in diese alkalische  $\text{H}_2\text{O}_2$ -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  $\text{NH}_3$ -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.) /  $\text{H}_2\text{O}_2$  zum Sieden erhitzt. Das überschüssige  $\text{H}_2\text{O}_2$  wird verkocht, der pH-Wert mit  $\text{NH}_3$ -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, Gerdes)

**11. und 12. Tag**

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

### 13. Tag

Vorbereitungen zur **Quantitativen Analyse**:

Reinigen der Feinmessgefäße;

Reinigen der Filtertiegel;

Trocknen und Konstantwiegen der Filtertiegel;

Üben titrimetrischer Verfahren am Beispiel einer **Neutralisationsanalyse** [49 ff]

Die Arbeitsvorschriften können dem Lehrbuch " **Jander / Blasius, Anorganische Chemie II, Quantitative Analyse und Präparate, Hirzel Verlag, 17. Auflage, 2016**" sowie den **Präsentationsfolien zum Seminar** entnommen werden.

### 14. und 15. Tag

<b>Analyse Nr. 5 – Gravimetrie</b>	
Bestimmung von	Ni <sup>2+</sup>
Arbeitsvorschriften	<b>[41]</b>
Fällungsreagenz	Dimethylglyoxim bzw. Natriumdimethylglyoximat
max. Punktzahl	<b>5</b>

### 16. und 17. Tag

<b>Analyse Nr. 6 – Säure-Base-Titration</b>	
Bestimmung von	H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> oder      NaOH
Arbeitsvorschriften	<b>[61]</b>
Maßlösung (0.05 M)	NaOH      oder      HCl
max. Punktzahl	<b>5</b>

## 18. und 19. Tag

<b>Analyse Nr. 7 – Redoxtitration (I)</b>	
Bestimmung von	$\text{Sb}^{3+}$ <i>Lösung im Messkolben mit HCl (verd.) auffüllen!</i>
Arbeitsvorschrift	<b>[83]</b>
Maßlösung (1/120 M)	$\text{KBrO}_3$
max. Punktzahl	<b>5</b>

## 20. und 21. Tag

<b>Analyse Nr. 8 – Redoxtitration (II)</b>	
Bestimmung von	$\text{Cu}^{2+}$
Arbeitsvorschrift	<b>[82]</b>
Maßlösung (0.05 M)	$\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$
max. Punktzahl	<b>5</b>

## 22. und 23. Tag

<b>Analyse Nr. 9 – Komplextometrische Titration</b>	
Bestimmung von	$\text{Ca}^{2+}$ und $\text{Mg}^{2+}$
Arbeitsvorschriften	<b>[102 - 104]</b> siehe auch: <b>Komplextometrische Bestimmungsmethoden mit Titriplex, Merck, S. 76</b>
Maßlösung (0.05 M)	EDTA
max. Punktzahl	<b>10</b>

## **24. 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