

**Institut für Pharmazie und Molekulare Biotechnologie**  
**Ruprecht-Karls-Universität Heidelberg**



**Praktikum „Anorganische Chemie“**

**2. Semester Molekulare Biotechnologie**

**Internes Praktikumsskript**

**8. Auflage**

**Sommersemester 2011**

# Inhalt

<b>1. Allgemeines</b>	<b>3</b>
1.1. Organisation	3
1.2. Zeitplan	3
1.3. Aufbau und Bewertung	5
1.4. Themeninhalte des Kolloquiums	5
1.5. Literatur	7
1.6. Laborordnung und Saaldienst	7
1.6.1. Saaldienstaufgaben	8
1.6.2. Abfallentsorgung	9
<b>2. Qualitative Anorganische Analyse</b>	<b>10</b>
2.1. Einleitung	10
2.2. Kationennachweise	14
2.3. Anionennachweise	20
<b>3. Quantitative Anorganische Analyse</b>	<b>24</b>
3.1. Einleitung	
3.2. Bestimmung von $\text{Fe}^{3+}$ photometrisch	26
3.3. Bestimmung von Chlorid neben Bromid potentiometrisch	27
3.4. Bestimmung von Schwefelsäure acidimetrisch	28
3.5. Bestimmung von $\text{Zn}^{2+}$ komplexometrisch	29
3.6. Bestimmung von $\text{Al}^{3+}$ komplexometrisch	30
3.7. Bestimmung von $\text{Fe}^{3+}$ oxidimetrisch	21

# 1. Allgemeines

## 1.1. Organisation

Mitwirkende:

Dr. Richard Wombacher (Praktikumsleiter), Dr. Claus Markert

Informationen zum Praktikum finden Sie auf der Homepage des IPMB:

<http://www.uni-heidelberg.de/fakultaeten/biowissenschaften/ipmb/chemie/studium/biotech/semester2/>

## 1.2. Zeitplan

Mo., 11.04.2011 von 13.30 bis 15.30 Uhr, HS 2, INF 306 **(für alle!)**

für Gruppe I:

Di., 12.04.2011 von 13.30 bis 17.30 Uhr, SR 12, INF 366

für Gruppe II:

Di., 03.05.2011 von 13.30 bis 17.30 Uhr, SR 12, INF 366

Es besteht an allen Seminaren Anwesenheitspflicht.

Das eigentliche Praktikum findet taeglich im Praktikumsaal 020, INF 364, Erdgeschoss, von 13.30 bis 18.00 h statt.

**Hauptklausur:** Mi., 01.06.2011, 13.15 - 14.00 Uhr, HS 1, INF 306

**Wiederholungsklausur:** Mi., 22.06.2011, 13.15 - 14.00 Uhr, HS 1, INF 306

<b>Mo, 11.04.</b>	<b>Di, 12.04.</b>	<b>Mi, 13.04.</b>	<b>Do, 14.04.</b>	<b>Fr, 15.04.</b>
<b>Seminar ALLE</b> (Gruppeneinteilung)	<b>Seminar</b>	<b>Seminar Platzübergabe</b>	<b>Analyse</b>	<b>Analyse</b>

<b>Mo, 18.04.</b>	<b>Di, 19.04.</b>	<b>Mi, 20.04.</b>	<b>Do, 21.04.</b>	<b>Fr, 22.04.</b>
<b>Analyse</b>	<b>Analyse</b>	<b>Analyse</b>	<b>Analyse</b>	<b>Frei/Lernphase</b>

<b>Mo, 25.04.</b>	<b>Di, 26.04.</b>	<b>Mi, 27.04.</b>	<b>Do, 28.04.</b>	<b>Fr, 29.04.</b>
<b>Ostermontag Frei/Lernphase</b>	<b>Analyse</b>	<b>Analyse</b>	<b>Analyse</b>	<b>Analyse</b>

<b>Mo,02.05</b>	<b>Di, 03.05.</b>	<b>Mi, 04.05</b>	<b>Do, 05.05.</b>	<b>Fr, 06.05.</b>
<b>Platzabgabe Laborputz</b>	<b>Seminar</b>	<b>Analyse</b>	<b>Analyse</b>	<b>Analyse</b>

<b>Mo, 11.05.</b>	<b>Di, 10.05.</b>	<b>Mi, 11.05</b>	<b>Do, 12.05</b>	<b>Fr, 13.05.</b>
<b>Analyse</b>	<b>Analyse</b>	<b>Analyse</b>	<b>Lernphase</b>	<b>Lernphase</b>

<b>Mo, 16.05.</b>	<b>Di, 17.05.</b>	<b>Mi, 18.05</b>	<b>Do, 19.05</b>	<b>Fr, 20.05</b>
<b>Analyse</b>	<b>Analyse</b>	<b>Analyse</b>	<b>Platzabgabe</b>	<b>Laborputz Alle</b>

<b>Mo, 21.05.</b>	<b>Di, 22.05.</b>	<b>Mi, 23.05</b>	<b>Do, 24.05</b>	<b>Fr, 25.05</b>
<b>Lernphase</b>	<b>Lernphase</b>	<b>Klausur Alle</b>		

Kennzeichnung: **Rot** Gruppe A; **Blau** Gruppe B.

Der Ablauf des Praktikums ist wie folgt: Die Praktikumssteilnehmer werden in zwei Gruppen, Gruppe A und Gruppe B eingeteilt. Die Hälfte der Praktikumssteilnehmer aus Gruppe A wird mit der Bearbeitung der qualitativen Analysen beginnen, die andere Hälfte der Gruppe A mit den quantitativen Analysen. Nach 6 Labortagen wird getauscht. Am Freitag dem 30.04 beginnt das Praktikum fuer die Gruppe B, nach dem gleichen Schema.

### 1.3. Aufbau und Bewertung

#### - Qualitative Analyse

Übungsphase (5 Substanzen)	nicht bewertet
Leistungsphase (5 Substanzen)	bewertet
Korrekte Erstabgabe	100 Punkte
Korrekte Zweitabgabe	90 Punkte

#### - Quantitative Analyse

Leistungsphase (5 Versuche)	4 Versuche bewertet
-----------------------------	---------------------

Je Versuch können maximal 25 Punkte erreicht werden.

Punktzahl gestaffelt nach Abweichung von ausgegebener Substanzmenge (s. 3.1.)

#### - Klausur (Schriftliche Prüfung)

**Das Praktikum gilt nur als bestanden, wenn im praktischen Teil die Versuche erfolgreich durchgeführt werden und die Klausur bestanden wurde.**

## 1.4. Themeninhalte der Klausur

### Praktikum

Versuche des Praktikums (Theorie, Durchführung, Auswertung)

Nachweise mit Reaktionsgleichungen (wenn nötig Strukturformeln)

### Allgemein

Periodensystem der Elemente

Arten der chemischen Bindung

Einfache Redoxreaktionen und Oxidationszahlen

Valenzstrichformeln und VSEPR-Modell

Säuren und Basen, Puffer und pH-Wert-Berechnung

Titrationen und Indikatoren (mit Wirkungsweise und Strukturformeln)

Metallkomplexe und Koordinationsgeometrien

Fällungsreaktionen und Löslichkeitsprodukt

Das Mitbringen von Mobiltelefonen zur Klausur ist verboten und zieht eine Bewertung mit 0 Punkten nach sich.

Zur Klausur ist ein Taschenrechner mitzubringen. Bei Berechnungen werden nachvollziehbarer Lösungswege sowie ein korrektes Ergebnis erwartet.

Andere Hilfsmittel sind nicht zulässig.

## 1.5. Literatur

Suchen Sie sich das für sie didaktisch geeignete Lehrbuch aus der angegebenen Liste heraus. (Die Lehrbücher sind in der UNI-Bibliothek ausleihbar).

### Praktischer Teil

G. Jander, E. Blasius: *Lehrbuch der analytischen und präparativen anorganischen Chemie*, S. Hirzel Verlag, Stuttgart, 13. Auflage, 1989

E. Gerdes: *Qualitative Anorganische Analyse*, Springer, Berlin, 2. Auflage, 2001

D. Häfner: *Arbeitsbuch Anorganische Analyse*, Govi-Verlag, Eschborn, 1. Auflage, 2000

U. R. Kunze: *Grundlagen der Quantitativen Analyse*, Thieme, Stuttgart, 3. Auflage, 1990

G. Schulze, J. Simon: *Jander – Jahr, Maßanalyse*, de Gruyter Verl., Berlin, 15. Auflage, 1989

## **Allgemeiner Teil**

P. W. Atkins, J. A. Beran: *Chemie, einfach alles*, VCH, Weinheim, 2. Auflage, 1998

C. E. Mortimer: *Chemie*, Thieme, Stuttgart, 5. Auflage, 1987

M. Otto: *Analytische Chemie*, Wiley-VCH, Weinheim, 2. Auflage, 2000

## **Nachschlagewerke**

A. Hollemann, E. Wiberg: *Lehrbuch der anorganischen Chemie*, de Gruyter Verlag, Berlin, 91. -100. Auflage, 1985

## **1.6. Laborordnung und Saaldienst**

- Schutzbrille
- geschlossener Laborkittel
- Handschuhe benutzen (welche/wann)
- Abzüge benutzen
- Kennzeichnung von Chemikalien
- Rückstellen von Vorratsflaschen
- Transport von Chemikalien (Eimer)
- Saaldienst (Einteilung nach Laborbänken)  
Laborschlusszeiten beachten
- Risikobewusstsein aufbauen
- Bei jeglicher (!) Verletzungen unbedingt Assistenten informieren

Besondere Gefahren:

- Gasentwicklung
- konzentrierte Säuren und Basen
- Siedeverzug
- leichtentzündliche Stoffe
- gesundheitsschädliche Stoffe
- Handtücher (Papiertücher) sind brennbar, Analysenhefte auch

#### Saalkasse:

Unbeschriftete Substanzen oder Apparaturen	1 €
Anfassen von Türen, Schränken und Assistenten mit Handschuhen	2 €
Missachten der Laboröffnungszeiten	1 €/5 min.
Eingeschaltete Mobiltelefone	1 €
Belagerung und Verstopfen von Fluchtwegen	2 €
Betreten des Labors ohne Kittel oder Schutzbrille	2 €
Freisetzen von übelriechenden/gefährlichen Substanzen	2 €
Saaldienst nicht ordnungsgemäß ausgeführt	2 €
Unsachgemäße Entsorgung von Abfällen (dazu zählt auch die Entsorgung von harmlosen Materialien als Sondermüll; hohe Entsorgungskosten!)	5 €
Bunsenbrenner in der Nähe brennbarer Lösungsmittel	5 €
Offene Gashähne	5 €
Nahrungsmittel im Labor	5 €
Entsorgung von mit konzentrierten Säuren getränkten Papieren in der Feststofftonne/Restmülltonne	5 €*
In Brand setzen der Mülltonnen	5 €*

\* bzw. 2 € für alle, wenn sich der Verursacher nicht meldet

Einnahmen kommen Chemikalien und beschädigten Laborgeräten zugute.

#### **1.6.1. Saaldienstaufgaben**

Herstellen verbrauchter Lösungen (z. B.:  $\text{AgNO}_3$ )

Nachkaufen verbrauchter Saalchemikalien (im Chemikalienlager)

Entsorgung von Laborabfällen (Öffnungszeiten beachten; leere Kanister mitbringen!)

#### **Am Ende eines Labortages:**

Abzüge prüfen und abschalten, ggf. aufräumen und reinigen

Spülbecken kontrollieren, ggf. reinigen

Saalchemikalien zurückstellen



Kontrollieren, ob sämtliche Apparaturen abgestellt und alle Elektro-, Gas- und Wasserverbindungen gelöst sind  
Trockenschränke abstellen  
Waagen reinigen  
Gas-, Wasserhähne und Fenster schließen  
Abfallbehälter auf Brandherde überprüfen

### **Öffnungszeiten:**

Abfallentsorgung: Di. 13:30 - 14:30 Uhr  
Do. 10:00 - 11:00 Uhr

Chemikalienlager: Mo. - Fr.: 9:30 - 11:30 Uhr und 13:00 - 14:30 Uhr

## **1.6.2. Abfallentsorgung**

Es dürfen sich keine unlöslichen Feststoffe in den Kanistern befinden.

### **1. Wässrige Lösungen**

Sammeln; ein „Schlunzglas“ pro Laborbank

→ Kanister für wässrige Lösungen

Bei gefülltem Kanister pH messen, in Entsorgungsformular eintragen und Saaldienst mit Entsorgung beauftragen.

### **2. Organische Lösungsmittel**

Kanister für organische Lösungsmittel (Ether, Hexan, Cyclohexan etc.)

wässrige Phase abtrennen und im Kanister für wässrige Lösungen entsorgen.

### **3. Feststoffe**

Reste der Ursubstanz, unbrauchbare Feststoffe vorsichtig im Schlunzglas auflösen, unlösliche Feststoffe abfiltrieren und in blauer Feststoff-abfalltonne entsorgen

Filterpapiere bzw. verschmutzte Papiertücher in Feststofftonne entsorgen

**Ausgüsse sind nicht zur Entsorgung da!**



## 2. Qualitative Anorganische Analyse

### 2.1. Einleitung

#### Nachzuweisende Ionen

**Kationen:**  $\text{Zn}^{2+}$ ,  $\text{Bi}^{3+}$ ,  $\text{Pb}^{2+}$ ,  $\text{Ba}^{2+}$ ,  $\text{Sr}^{2+}$ ,  $\text{Ca}^{2+}$ ,  $\text{NH}_4^+$ ,  $\text{Li}^+$ ,  $\text{K}^+$

**Anionen:**  $\text{CO}_3^{2-}$ ,  $\text{NO}_3^-$ ,  $\text{SO}_4^{2-}$ ,  $\text{Cl}^-$ ,  $\text{Br}^-$ ,  $\text{I}^-$ ,  $\text{SCN}^-$

In bestimmten Fällen kann das Anion oder Kation in der zu analysierenden Substanz „fehlen“.

Beispiele hierfür sind elementare Metalle, Säuren, Oxide oder Hydroxide.

#### Probengefäße

Saubere Schnappdeckelgläser (6 ml) werden beschriftet und einen Tag vor der durchzuführenden Analyse in einem Becherglas (250 ml) rausgestellt. Die Gläser werden mit Namen und Nummer beschriftet (1 bis 5 in der Übungsphase, 6 - 10 in der Leistungsphase).

#### Abgabeformat

Es ist ein Laborjournal zu führen, in dem alle durchgeführten Nachweisreaktionen festgehalten werden. Hier sind auch die negativ verlaufenden Nachweisreaktionen mit aufzunehmen!

Für die Abgabe ist ein separates Analysenheft zu führen (DIN A5, gebunden, außen mit Namen und Matrikelnummer beschriftet). Das Analysenheft wird für die Ergebnisse beider Praktikumsteile verwendet

Abgabeformat Qualitative Analyse:

Qualitative Analyse, 1. Abgabe		
1:	$\text{K}^+$ , $\text{SO}_4^{2-}$	Substanz: $\text{K}_2\text{SO}_4$
2:	$\text{Li}^+$ , $\text{OH}^-$	Substanz: $\text{LiOH}$
3:	$\text{Pb}^{2+}$ , $\text{CO}_3^{2-}$	Substanz: $\text{PbCO}_3$
4:	$\text{K}^+$ , $\text{SCN}^-$	Substanz: $\text{KSCN}$
5:	$\text{Ca}^{2+}$ , $\text{Br}^-$	Substanz: $\text{CaBr}_2$
Datum		Unterschrift

Jede Abgabe wird mit Datum und Unterschrift von den Assistenten gegengezeichnet und erlangt dadurch ihre Gültigkeit.

Ionen mit falscher Ladungszahl, falscher Schreibweise, nicht unterschriebene Analysenabgaben und sonstige Abweichungen vom Abgabeformat werden nicht korrigiert.

### **Bewertung**

Die korrekte Erstabgabe wird mit 100 Punkten bewertet. Wenn die 1. Abgabe noch Fehler enthält, muss noch einmal abgeben werden. Die Anzahl der Fehler wird hierbei angegeben.

In der Regel steht genug Zeit für eine erneute experimentelle Überprüfung der Ergebnisse zur Verfügung.

Durch die Zweitabgabe werden 10 Punkte abgezogen. Eine fehlerfreie Zweitabgabe wird also mit 90 Punkten bewertet. Jeder weitere Fehler in der Zweitabgabe bedeutet 10 Punkte Abzug.

Im ungünstigsten Fall kommen 0 Punkte zustande; „Negative Punkte“ gibt es nicht.

## **Begriffserklärung**

Ursubstanz (US, Analyt); Nachweis (NW); Niederschlag (NS)

**Lösen:** Hierbei muss eine klare Lösung ohne Trübung und Niederschlag entstehen

**Dekantieren:** Lösung und NS durch vorsichtiges Abgießen trennen

**Fällen:** Zusatz eines Fällungsmittels bis sich kein NS mehr bildet;  
auf vollständige Fällung prüfen

## **Vergleichsprobe**

Um zu erfahren wie ein positiver Nachweis aussieht, unternimmt man die gleichen Schritte wie bei der zu untersuchenden Substanz, nur dass man hier anstelle der US die vermutete Substanz aus dem Chemikalienregal zufügt.

## **Blindprobe**

Um eine Verunreinigung der verwendeten Chemikalien auszuschließen, führt man hier den entsprechenden Nachweis ohne die US durch.

## **Gegenprobe**

Hier geht es darum, zu erfahren ob der durchgeführte Nachweis nur wegen falscher Versuchbedingungen (pH, Konzentration, etc.) negativ verlaufen ist, obwohl das vermutete Ion in der US vorhanden war. Man benutzt hierfür einen Teil seines Reagenz und wendet dieses auf das vermutete Ion aus dem Chemikalienregal an.

## **Lösen der US**

Um die US in Lösung zu bringen, wendet man folgende Lösungsmittel in der aufgeführten Reihenfolge an. (Bei erfolgreicher Lösung sind die nachfolgenden Schritte natürlich überflüssig.)

H<sub>2</sub>O

verd. HCl

konz. HCl

verd. HNO<sub>3</sub>

konz. HNO<sub>3</sub>

## Wichtige Anmerkungen

Wegen optimaler Nutzung vorhandener Ressourcen wäre es sinnvoll, dass nicht alle mit dem erstangeführten NW beginnen würden.

Die im Skript angegebenen Nachweisreaktionen beschreiben in der Regel die Reaktionsbedingungen nicht vollständig und sind deshalb nur als Hinweise zu werten. Für eine erfolgreiche Durchführung empfiehlt sich dringend ein Blick in die empfohlene Literatur. Bevor man Nachweise durchführt, die in diesem Skript nicht angeführt sind, muss man sich mit den Assistenten beraten. Vor allem wegen sicherheitstechnischer Aspekte, aber auch wegen der Verfügbarkeit der Chemikalien ist dies notwendig.

Eine Kontamination der Chemikalien aus dem Chemikalienregal muss unbedingt vermieden werden. Unsauberes Arbeiten hat hier nicht nur Folgen für den eigenen Nachweis, sondern wirkt sich auf die Nachweise aller Studierenden aus.

<b>Säure / Base</b>	<b>c [mol / l]</b>
H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> , konz.	18
H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> , verd.	1
HCl, konz.	12
HCl, verd.	2
HNO <sub>3</sub> , konz.	14
HNO <sub>3</sub> , verd.	2
CH <sub>3</sub> COOH, konz.	17
CH <sub>3</sub> COOH, verd.	2
NH <sub>3</sub> , konz.	13
NH <sub>3</sub> , verd.	2

## 2.2. Kationennachweise

### Zink, $\text{Zn}^{2+}$

1. NW als Rinmanns Grün

- US auf Mg-Rinne mit verd.  $\text{Co}(\text{NO}_3)_2$ -Lsg. in oxidierender Flamme glühen



- $\text{ZnCo}_2\text{O}_4$  ist grün
- Störungen: Überschuss an  $\text{Co}(\text{NO}_3)_2$  gibt schwarzes  $\text{Co}_3\text{O}_4$ , das die grüne Farbe überdeckt

2. NW als  $\text{K}_2\text{Zn}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6]_2$

- US mit verd. HCl aufkochen, mit  $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$  versetzen

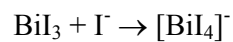
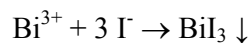


- $\text{K}_2\text{Zn}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6]_2$  ist schmutzig -weiß, löslich in konz. HCl und 5M NaOH

### Bismut, $\text{Bi}^{3+}$

1. NW als Bismutjodid

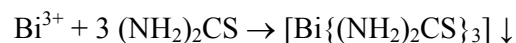
- US in Schwefelsäure lösen, KI dazugeben



- schwarzer NS, der sich mit KI-Überschuß orangefarben löst

2. NW als Thioharnstoff-Komplex

- auf der Tüpfelplatte: salpetersaure US-Lösung + Spatelspitze Thioharnstoff

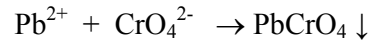


- gelber NS

## **Blei, Pb<sup>2+</sup>**

### 1. NW als Bleichromat

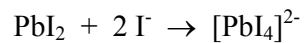
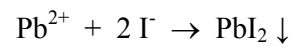
- US mit HOAc ansäuern und mit Chromat fällen



- gelber NS
- Störung: Ba<sup>2+</sup>, Sr<sup>2+</sup>

### 2. NW als Bleijodid

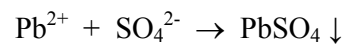
- US mit HNO<sub>3</sub> lösen und mit KI fällen



- gelber NS, der sich mit KI-Überschuß orangefarben löst

### 3. NW als Bleisulfat

- US + verd. Schwefelsäure

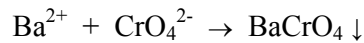


- weißer NS
- Störung: Ba<sup>2+</sup>, Sr<sup>2+</sup>



## **Barium, Ba<sup>2+</sup>**

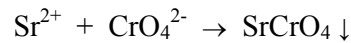
1. Flammenfärbung / Spektroskopie
  2. NW als Bariumchromat
- leicht essigsäure Lsg. der US mit Kaliumchromat versetzen



- der gelbe Niederschlag ist unlöslich in NaOH

## **Strontium, Sr<sup>2+</sup>**

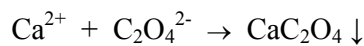
1. Flammenfärbung / Spektroskopie
  2. NW als Strontiumchromat
- ammoniakalische Lsg. der US mit Kaliumchromat versetzen



- funktioniert nur mit K<sub>2</sub>CrO<sub>4</sub> (und nicht mit K<sub>2</sub>Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub>)
- Störung: Ca<sup>2+</sup>

## **Calcium, Ca<sup>2+</sup>**

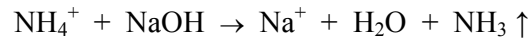
1. Flammenfärbung / Spektroskopie
  2. NW als Calciumoxalat
- US + (NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>C<sub>2</sub>O<sub>4</sub>



- CaC<sub>2</sub>O<sub>4</sub> ist ein weißer NS
- Störung: Sr<sup>2+</sup>

### **Ammonium, NH<sub>4</sub><sup>+</sup>**

- US + NaOH + H<sub>2</sub>O auf ein Uhrglas
- feuchtes Indikatorpapier auf anderes Uhrglas und damit das erste Uhrglas abdecken



- positiv, wenn sich das Indikatorpapier blau (basisch) färbt

### **Lithium, Li<sup>+</sup>**

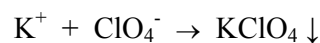
1. Flammenfärbung / Spektroskopie
  2. NW als Lithiumphosphat
- alkalische US-Lsg mit Na<sub>2</sub>HPO<sub>4</sub> erwärmen



- Li<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> ist ein weißer NS, der in Säuren leicht löslich ist
- konzentrierte stark alkalische Li-Lösung

### **Kalium, K<sup>+</sup>**

1. Flammenfärbung / Spektroskopie
  2. NW als Kaliumperchlorat
- US mit 60-70 %-iger Perchlorsäure versetzen



- KClO<sub>4</sub> ist ein weißer NS, der sich bei höherer Temperatur in Wasser löst
- beim Abkühlen fällt KClO<sub>4</sub> wieder aus
- Störung: NH<sub>4</sub><sup>+</sup>, aber NH<sub>4</sub>ClO<sub>4</sub> löst sich bei höherer Temperatur nicht in H<sub>2</sub>O

## Flammenfärbung

- Magnesiastäbchen kurz in konz. HCl tauchen und in der Brennerflamme so lange glühen, bis keine Färbung mehr zu beobachten ist
- Vorgang wiederholen bis Stäbchen beim ersten Eintauchen in die Brennerflamme keinerlei Färbung verursacht
- Stäbchen mit einem Tropfen konz. HCl befeuchten und damit eine kleine Menge Ursubstanz aufnehmen
- zuerst in den Außenkegel halten, dann in die heißeste Stelle des Brenners
- danach im (reduzierenden) Innenkegel glühen, aus EA-Sulfaten entstehen flüchtige Sulfide
- Farbe der Flamme beobachten

Metall	Farbe
Li	rot
Na	gelb
K	violett
Ca	ziegelrot
Sr	rot
Ba	gelbgrün
Pb	fahlblau

## Flammenfärbung bei Verwendung eines Co-Glases

- Na-Verbindungen geben eine helle und lang anhaltende Flamme die die Farben anderer Metalle vollständig überdeckt → Verwendung von Co-Glas

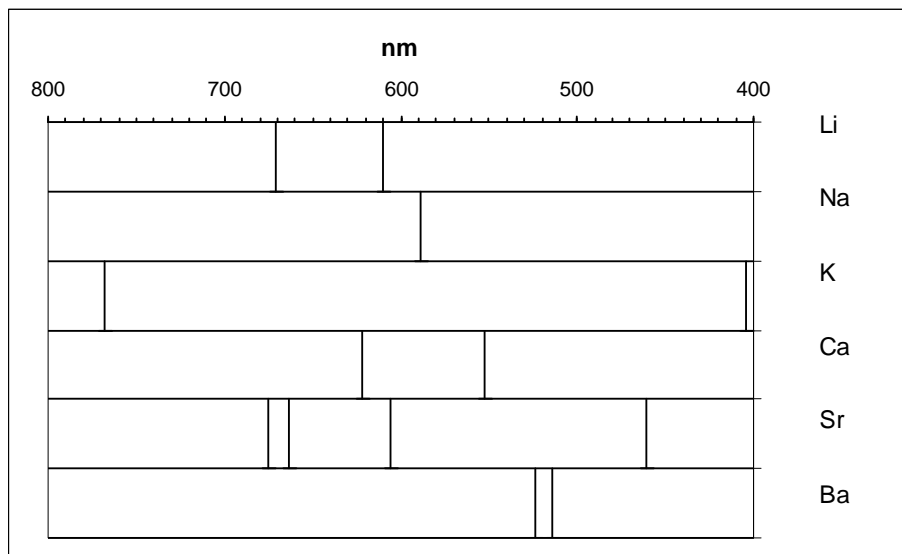
Metall	Flammenfärbung	Durch ein Co-Glas
Na	gelb	-
K	violett	karminrot
Ca	ziegelrot	hellgrün
Sr	rot	violett
Ba	gelbgrün	blaugrün

## Spektroskopie

- zur genaueren Analyse der Alkali- und Erdalkalimetalle benutzt man ein Handspektroskop
- Vorgang wie bei der Flammenfärbung, Flamme durch Handspektroskop beobachten (Linienpektrum)

### Spektrallinien der Alkali- und Erdalkalimetalle

Metall	$\lambda$ / nm
Li	671, 610
Na	589 (Doppellinie)
K	768, 404
Ca	622, 553
Sr	675, 663, 606, 461
Ba	524, 514

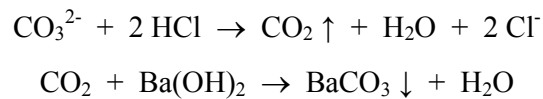


## 2.3. Anionennachweise

### Carbonat, $\text{CO}_3^{2-}$

#### 1. Gärröhrchenprobe

- eine Spatelspitze US in einem Reagenzglas + einige Tropfen verd. HCl
- sofort ein Gärröhrchen mit frisch (!) bereiteter  $\text{Ba}(\text{OH})_2$ - Lsg. aufsetzen
- einige Minuten auf dem Wasserbad erhitzen



- $\text{BaCO}_3$  ist ein weißer NS, löslich in AcOH

#### 2. Uhrglasprobe

- US auf Uhrglas + verd. HCl
- zweites Uhrglas aufsetzen

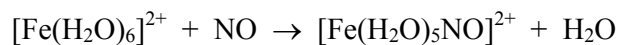
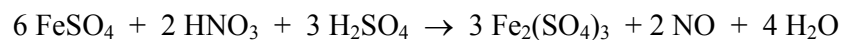


- positiv wenn Gasblasen entstehen, aber Achtung: es gibt mehrere Gase, z.B.  $\text{SO}_2$

### Nitrat, $\text{NO}_3^-$

#### 1. Ringprobe

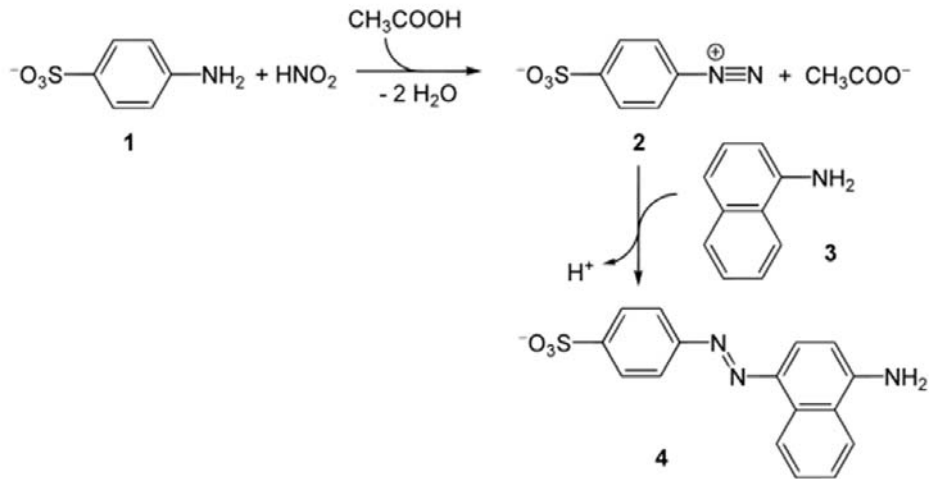
- schwefelsaure US-Lsg +  $\text{FeSO}_4$ -Lsg
- vorsichtig mit konz.  $\text{H}_2\text{SO}_4$  unterschichten; zwei Phasen



- brauner Ring an der Phasengrenze

## 2. „Lungeprobe“

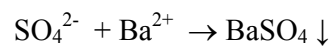
- US + HOAc + Zn-Pulver auf die Tüpfelplatte
- Sulfanilsäure („Lunge 1“) und  $\alpha$ -Naphthylamin („Lunge 2“) dazutropfen.



## Sulfat, $\text{SO}_4^{2-}$

### 1. NW als Bariumsulfat

- salzsaure US-Lsg +  $\text{BaCl}_2$ -Lsg

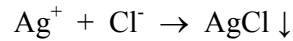


- weißer NS
- Störung: Bei hoher  $\text{Cl}^-$ -Konz. kann NS von  $\text{BaCl}_2$  auftreten  $\rightarrow$  verdünnen

## Chlorid, Cl<sup>-</sup>

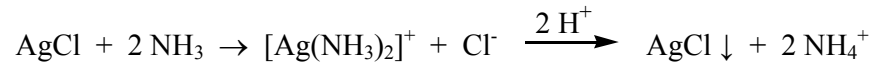
1. NW als Silberchlorid

- salpetersaure Lösung + AgNO<sub>3</sub>-Lsg



- weißer NS

- AgCl mit wässriger NH<sub>3</sub>-Lsg. lösen und mit verd. HNO<sub>3</sub> wieder ausfällen

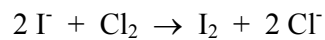
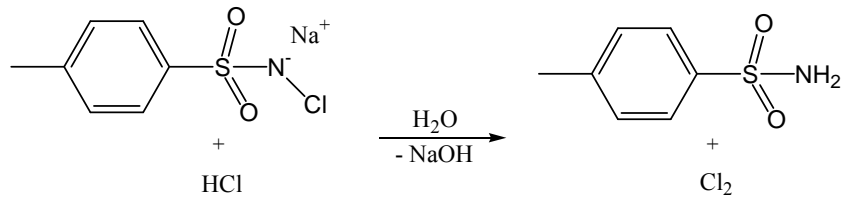


- SCN<sup>-</sup>, Br<sup>-</sup> und I<sup>-</sup> reagieren ähnlich

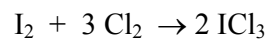
## Bromid, Br<sup>-</sup>, und Iodid, I<sup>-</sup>

1. NW von Br<sup>-</sup> und I<sup>-</sup> mit Chloramin T:

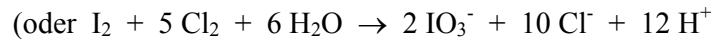
- Lösung der US + HCl + Hexan + Chloramin T



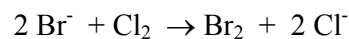
violett



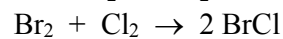
farblos



farblos)



braun

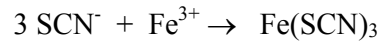


gelb

## Thiocyanat, $\text{SCN}^-$

### 1. NW als Eisenrhodanid

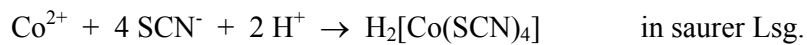
- salzsaure US-Lösung mit  $\text{FeCl}_3$ -Lösung versetzen



- das rote  $\text{Fe}(\text{SCN})_3$  mit Ether oder Isoamylalkohol ausschütteln
- Störung:  $\text{I}^-$  (reduziert  $\text{Fe}^{3+}$  zu  $\text{Fe}^{2+}$ )

### 2. NW als Cobaltrhodanid

- essigsäure bzw. neutrale Lösung der US + Co(II)-Lösung ( $\text{CoCl}_2$  od.  $\text{Co}(\text{NO}_3)_2$ )



- blaue Farbe kann mit Ether oder Isoamylalkohol ausgeschüttelt werden



## 3. Quantitative Analyse

### 3.1. Einleitung

#### Durchzuführende Analysen:

- 3.2. Bestimmung von  $\text{Fe}^{3+}$ , photometrisch (nicht bewertet)
- 3.3. Bestimmung von Chlorid neben Bromid, potentiometrisch
- 3.4. Bestimmung von Schwefelsäure, acidimetrisch
- 3.5. Bestimmung von  $\text{Zn}^{2+}$ , komplexometrisch
- 3.6. Bestimmung von  $\text{Al}^{3+}$ , komplexometrisch
- 3.7. Bestimmung von  $\text{Fe}^{3+}$ , oxidimetrisch, jodometrisch

#### Probengefäße

Saubere und trockene Messkolben (50 mL) werden beschriftet einen Tag vor der durchzuführenden Analyse rausgestellt.

Die Analysen sind vor Bearbeitung unbedingt auf 50,0 mL aufzufüllen und gut zu homogenisieren!! Mit der Analysensubstanz ist sorgfältig umzugehen; es wird keine Nachsubstanz ausgegeben.

#### Abgabeformat Quantitative Analyse

<b>Quantitative Analyse</b>	
1. Methode	
2. Reaktionsgleichungen	
3. Berechnung	
4. Gehaltsangabe in mg ( $\mu\text{g}$ )/ 50 mL (vgl. Durchführung im Skript)	
Datum	Unterschrift

Jede Abgabe wird mit Datum und Unterschrift von den Assistenten gegengezeichnet und erlangt dadurch ihre Gültigkeit.

### **Bewertung**

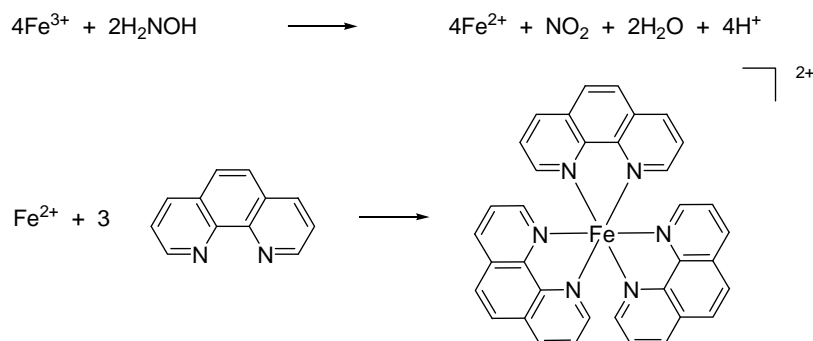
Maximal können 25 Punkte pro Analyse erreicht werden. Die Analysen werden direkt bewertet; eine Zweitangabe ist nicht möglich.

Die Bewertung erfolgt gestaffelt nach Abweichung von ausgegebener Substanzmenge.

<b>Abweichung [%]</b>	<b>Erreichte Punktzahl</b>
$\leq 0,5$	25
$\leq 0,75$	22
$\leq 1$	20
$\leq 1,5$	16
$\leq 2$	12
$\leq 2,5$	8
$\leq 3$	4
$\leq 5$	2

### 3.2. Bestimmung von Fe<sup>3+</sup>, photometrisch (nicht bewertet)

#### Reaktionsgleichungen



#### Methode

Zur Aufstellung einer Eichgeraden dient eine Eisen-Standard-Lösung, deren Eisengehalt angegeben wird. Von dieser Lösung gibt man in sechs 100 ml Messkolben je 0 ml, 1 ml, 3 ml, 4 ml, 5 ml und 6 ml. Von der zu bestimmenden Probe werden 20 ml in einen 100 ml Messkolben pipetiert. Nun füllt man die Kolben bis ca. 50 ml mit Wasser auf und gibt nacheinander 5 ml Hydroxylammoniumchloridlösung, 5 ml Phenanthrolinlösung und 20 ml Acetat-Pufferlösung hinzu. Die Proben sind nach jeder Zugabe kräftig zu schütteln. Man prüft, ob der pH-Wert bei 3 – 4 liegt und versetzt andernfalls mit so viel Pufferlösung, bis der pH-Wert korrekt eingestellt ist. Schließlich füllt man mit Wasser auf 100 ml auf und mischt die Proben gut durch. Nach ca. 20 min werden die Messungen vorgenommen. Die Messwellenlänge beträgt 510 nm. Die gemessenen Extinktionen werden gegen die entsprechenden Eisengehalte aufgetragen. Durch die Messpunkte konstruiert man eine Ausgleichsgerade und bestimmt mit dieser den Eisengehalt der Probe.

#### Reagenzien

- 1 %ige wässr. Hydroxylammoniumchloridlösung
- 0.25 %-ige 1,10-Phenanthrolinlösung
- Acetat-Puffer, pH = 3.5 (25 g Na-Acetat-3-hydrat p.A. werden in 500 ml Wasser gelöst, mit 100 ml Eisessig p.A. versetzt und im Messkolben auf 1000 ml mit Wasser aufgefüllt)
- Eisenlösung (c = 25 µg/ml)

#### Angabe

µg Fe<sup>3+</sup> / 50 ml

### 3.3. Bestimmung von Chlorid neben Bromid, potentiometrisch

#### Methoden

$\text{Cl}^-$  und  $\text{Br}^-$  werden mit 0.01 M  $\text{AgNO}_3$  Lösung titriert. Das Potential wird mit einer Silberelektrode gemessen

#### Reaktionsgleichung



#### Reagenzien

Salpetersäure, konz.

Silbernitrat Lösung, 0.01 M

#### Durchführung

10 ml der auf 50 ml aufgefüllten Probenlösung werden mit 1 ml konzentrierter Salpetersäure versetzt und mit 0.01 M Silbernitratlösung titriert. In der Nähe der Äquivalenzpunkte sollte in 0.1 ml Schritten titriert werden, sonst werden 0.5 ml Schritte empfohlen. Da hier zwei Ionen bestimmt werden, erhält man zwei Äquivalenzpunkte, die sich durch Potentialsprünge bemerkbar machen. Trägt man das Potential gegen das zugesetzte Volumen auf, so ergeben sich die Äquivalenzpunkte aus den Wendepunkten der Kurve.

Um die Äquivalenzpunkte schon während der Titration besser zu erkennen empfiehlt es sich, die Werte direkt in ein Diagramm einzutragen.

#### Behandlung der Elektrode

Vor und nach der Messung wird die Elektrode mit destilliertem Wasser gespült. Die Elektrode wird in einer gesättigten  $\text{KNO}_3$  Lösung aufbewahrt.

#### Angabe

mg  $\text{Cl}^-$  / 50 ml

mg  $\text{Br}^-$  / 50 ml

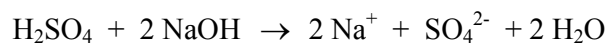
### 3.4. Bestimmung von Schwefelsäure, acidimetrisch

#### Methode

SO<sub>4</sub><sup>2-</sup> wird mit einer 0.1 M NaOH-Lösung direkt gegen Tashiro-Mischindikator titriert.

Farbumschlag: blaviolett ⇒ grün (pH=7)

#### Reaktionsgleichung



#### Reagenzien

0.1 M Natronlauge

Tashiro-Mischindikator: 50.0 mg Methylenblau in 100.0 mL Methylrot-Lösung I lösen.

#### Durchführung

10.00 mL der auf 50 mL aufgefüllten Lösung werden mit Wasser auf 100 ml verdünnt. Nach Zugabe von einigen Tropfen (2-4) Tashiro-Mischindikator-Lösung wird mit 0.1 M Natronlauge bis zum Farbumschlag titriert.

#### Angabe

mg H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> / 50 ml

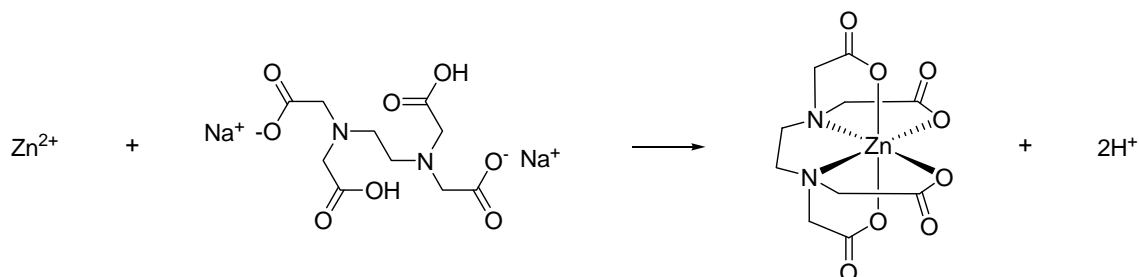
### 3.5. Bestimmung von $Zn^{2+}$ , komplexometrisch

#### Method

$Zn^{2+}$  wird mit einer 0,1 M EDTA-Lösung in einer gepufferten Lösung bei pH 10 direkt gegen Eriochromschwarz T als Indikator titriert.

Farbumschlag: rot  $\Rightarrow$  grün (pH 10)

#### Reaktionsgleichung



#### Reagenzien

- 0.1 M EDTA-Lösung (Titrisol Titriplex-III auf 1000 mL im Messkolben aufgefüllt)
- Indikator-Puffertabletten (Eriochromschwarz T)
- Pufferlösung pH 10 (Ammoniak-Ammoniumchlorid-Lösung: 54 g  $NH_4Cl$ , p. A. werden in 200 bis 300 ml Wasser gelöst; die Lösung wird mit 350 ml 25%igem Ammoniak, p. A. versetzt, auf 1000 ml aufgefüllt und in einer Flasche aufbewahrt).

#### Durchführung

10 ml der auf 50 ml aufgefüllten Zinksalz-Lösung werden in einem 300 ml-Erlenmeyerkolben mit entsalztem Wasser auf ca. 100 ml verdünnt. Nach Zugabe einer Indikator-Puffertablette und nach deren Lösen, versetzt man mit 5 ml Pufferlösung (pH 10) und titriert mit 0,1 M EDTA-Lösung bis zum scharf erfolgenden Farbumschlag von Rot nach Grün.

#### Anmerkungen

EDTA (Ethyldiamintetraessigsäure,  $[OOC)_2NCH_2CH_2N(COO)_2]$ ) ist eine vierbasige organische Säure, deren Dinatriumsalz zum Ansetzen der EDTA-Maßlösung verwendet wird. Das in der Maßlösung vorliegende  $[H_2Y]^{2-}$  -Ion reagiert mit Metallionen unabhängig von deren Wertigkeit stets im molaren Verhältnis 1:1 zu Chelatkomplexen.

#### Angabe

mg  $Zn^{2+}$  / 50 ml

### 3.6. Bestimmung von $\text{Al}^{3+}$ , komplexometrisch

#### Methode

$\text{Al}^{3+}$  wird mit einem Überschuss an EDTA-Masslösung versetzt. Der Überschuss wird bei pH 5.5 mit eingestellter  $\text{ZnSO}_4$ -Lösung gegen Xylenolorange zurücktitriert.

Farbumschlag: gelb  $\Rightarrow$  rot (pH = 5.5)

#### Reagenzien

- 0.1 M Titriplex-III-Lösung (EDTA)
- 0.1 M  $\text{ZnSO}_4$ -Lösung
- Urotropin (Hexamethylentetramin), p. A.
- Spezialindikatorpapier pH 4.0 – 7.0
- Xylenolorange- $\text{KNO}_3$ -Verreibung (1 : 99)

#### Durchführung

10.00 mL der auf 50 mL aufgefüllten Al-Salz-Lösung werden in einem 300 mL-Erlenmeyerkolben mit ca. 50 ml Wasser verdünnt. Nach Zugabe von genau 50 mL 0.1 M EDTA-Lösung wird die Mischung zum Sieden erhitzt und 10 min gekocht (Zudecken mit Uhrglas). Die siedend heiße Lösung stellt man danach unter ständigem, intensivem Rühren durch Zugabe von festem Urotropin (Hexamethylentetramin) - 3.0 g in kleinen Anteilen – auf einen pH von 5.5 ein (mit Spezialindikatorpapier überprüfen). Nach Abkühlen auf Raumtemperatur gibt man eine Spatelspitze Xylenolorange- $\text{KNO}_3$ -Verreibung hinzu und titriert mit 0.1 M Zinksulfat-Lösung bis zum Farbwechsel von Gelb nach Rot.

#### Angabe

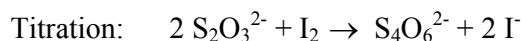
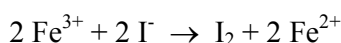
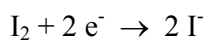
mg  $\text{Al}^{3+}$  / 50 ml

### 3.7. Bestimmung von Fe<sup>3+</sup>, oxidimetrisch, iodometrisch

#### Method

Fe<sup>3+</sup> wird mit Iodid versetzt. Das entstehende Iod wird mit Natriumthiosulfatlösung titriert. Der Endpunkte der iodometrischen Titration ist durch das Verschwinden des Iods gekennzeichnet. Zur besseren Erkennung setzt man als Indikator Stärke-Lösung zu. Stärke bildet mit Iod eine Tiefblaue Verbindung, anhand der sich noch Iodkonzentrationen von 10<sup>-5</sup> mol/l erkennen lassen.

#### Reaktionsgleichung



#### Reagenzien

- 6.0 N Salzsäure
- 0.1 N Natriumthiosulfatlösung
- Stärkelösung (0.20 g werden mit wenig Wasser angerieben. Der Brei wird in 100 ml Wasser einige Minuten gekocht.)
- Kaliumiodid und Natriumhydrogencarbonat

#### Durchführung

10 mL der auf 50 mL aufgefüllten FeCl<sub>3</sub>-Lösung werden in einem Iodzahlkolben mit Wasser auf 50 mL verdünnt. Nach Zugabe von 10.0 mL 6 N-Salzsäure wird 1.0 g Natriumhydrogencarbonat in mehreren Anteilen zugesetzt, wobei der Stopfen jeweils nur kurz gelüftet und dann lose aufgesetzt wird. Wenn sich das Natriumhydrogencarbonat gelöst hat, setzt man 3.0 g Kaliumiodid zu, verschließt den Kolben sofort wieder, löst die Substanz durch vorsichtiges, gelegentliches Schwenken unter Lichtausschluss und titriert das ausgeschiedene Iod nach 30 Minuten mit 0.1 N-Natriumthiosulfat- Lösung, gegebenenfalls unter weiterem Wasserzusatz. Sobald die Lösung nur noch schwach gelb gefärbt ist, werden 2.0 mL Stärkelösung hinzugefügt.

#### Angabe

mg Fe<sup>3+</sup> / 50 ml