



Edition
Harri 
Deutsch 

Praktikum anorganische Analyse

qualitativer und quantitativer Teil

Lehr- und Experimentierbuch

von

Bertram Schmidkonz

3. Auflage

VERLAG EUROPA-LEHRMITTEL · Nourney, Vollmer GmbH & Co. KG
Düsselderger Straße 23 · 42781 Haan-Gruiten

Europa-Nr.: 56269

Der Autor

Bertram Schmidkonz, Jahrgang 1958, studierte von 1978 bis 1984 Chemie (Diplomstudiengang) an der Universität Bayreuth, wo er 1987 bei Prof. Dr. Max Herberhold über metallorganische Schwefel- und Schwefeloxidkomplexe promovierte. 1988 arbeitete er als Stipendiat des DAAD an der Universität Stanford in Kalifornien/USA. Von 1989 bis 1997 war er Dozent am Naturwissenschaftlichen Technikum in Landau/Pfalz (Schule für Chemisch-technische Assistenten). Seit 1997 lehrt er Allgemeine und Anorganische Chemie am Institut für naturwissenschaftliche Bildung (InB) der Universität Koblenz-Landau.

Akad. Dir. Dr. Bertram Schmidkonz
Universität Koblenz-Landau
Fachbereich 7: Natur- und Umweltwissenschaften
InB (Chemie)
Fortstr. 7
D-76829 Landau
schmidko@uni-landau.de

3. Auflage 2015
Druck 5 4 3 2 1

ISBN 978-3-8085-5627-6

Alle Rechte vorbehalten. Das Werk ist urheberrechtlich geschützt. Jede Verwertung außerhalb der gesetzlich geregelten Fälle muss vom Verlag schriftlich genehmigt werden.

Der Inhalt des Werkes wurde sorgfältig erarbeitet. Dennoch übernehmen Autor und Verlag für die Richtigkeit von Angaben, Hinweisen und Ratschlägen sowie für eventuelle Druckfehler keine Haftung.

© 2015 by Verlag Europa-Lehrmittel, Nourney, Vollmer GmbH & Co. KG,
42781 Haan-Gruiten
<http://www.europa-lehrmittel.de>

Umschlaggestaltung: braunwerbeagentur, 42477 Radevormwald
Druck: Medienhaus Plump GmbH, 53619 Rheinbreitbach

Inhaltsverzeichnis

1 Praktikum anorganisch-qualitative Analyse	7
1.1 Einführung und Organisation	8
1.1.1 Einführung	8
1.1.2 Organisation des Praktikums	10
1.1.2.1 Allgemeines	10
1.1.2.2 Arbeitsablauf	10
1.1.2.3 Zeitplan	11
1.1.2.4 Laborordnung	12
1.1.2.5 Arbeitsplatzausrüstung	14
1.1.2.6 Feststoffe im allgemeinen Chemikalienregal	16
1.1.2.7 Flüssigkeiten im allgemeinen Chemikalienregal	17
1.1.2.8 Chemikalien des Reagenziensatzes	18
1.1.2.9 Arbeitskasten zur Mineralanalyse	20
1.2 Versuchsbeschreibungen	21
1.2.1 Gasbrenner	21
1.2.1.1 Funktionsbeschreibung	21
1.2.1.2 Erhitzen mit dem Gasbrenner	23
1.2.1.3 Reinigung des Gasbrenners	25
1.2.2 Glasbearbeitung	26
1.2.2.1 Trennen von Glasrohren und Glasstäben	26
1.2.2.2 Rundschmelzen von Glasrohren und Glasstäben	26
1.2.2.3 Ausziehen von Glasrohren	26
1.2.2.4 Biegen von Glasrohren	27
1.2.3 Chemie wäßriger Lösungen	28
1.2.3.1 Wasser, H ₂ O	28
1.2.3.1.1 Wasseraufbereitung	28
1.2.3.1.2 Abwasserbelastungen	32
1.2.3.2 Säuren und Basen	35
1.2.3.2.1 Salzsäure, HCl	35
1.2.3.2.2 Salpetersäure, HNO ₃	37
1.2.3.2.3 Schwefelsäure, H ₂ SO ₄	40
1.2.3.2.4 Essigsäure, CH ₃ COOH	41
1.2.3.2.5 Natronlauge, NaOH	43
1.2.3.2.6 Ammoniak, NH ₃	44
1.2.4 Arbeitsgerät und Grundoperationen	45
1.2.4.1 Lösen und Aufschließen	45
1.2.4.2 Herstellen von Reagenzlösungen	47
1.2.4.2.1 Lösungen von Säuren und Basen	48
1.2.4.2.2 Sonstige Reagenzlösungen	51
1.2.4.3 Fällern, Sedimentieren und Dekantieren	53
1.2.4.4 Fällern, Zentrifugieren und vollständige Fällung	53

1.2.4.5	Filtern und Abnutschen	54
1.2.4.6	Blindprobe und Kontrollprobe	55
1.2.5	Anionennachweise (erster Teil)	57
1.2.5.1	Chlorid als AgCl	57
1.2.5.2	Sulfat als BaSO ₄	57
1.2.5.3	Carbonat als CO ₂	58
1.2.5.4	Nitrat als Nitrosylkomplex [Fe(H ₂ O) ₅ NO] ²⁺ (Ringprobe)	59
1.2.5.5	Nitrat als Azofarbstoff	60
1.2.6	Modifizierter klassischer Trennungsgang	62
1.2.6.1	Allgemeines	62
1.2.6.2	Ammonium als NH ₃	64
1.2.6.3	Die Kationengruppe VI (Mg ²⁺ , Li ⁺ , Na ⁺)	64
1.2.6.3.1	Flammenfärbungen und Spektralanalyse	64
1.2.6.3.2	Magnesium als Mg(OH) ₂	66
1.2.6.3.3	Magnesium als MgNH ₄ PO ₄	67
1.2.6.4	Die Kationengruppe V (Ca ²⁺ , Ba ²⁺)	68
1.2.6.4.1	Die Carbonatfällung	68
1.2.6.4.2	Flammenfärbungen und Spektralanalyse	68
1.2.6.4.3	Barium als BaSO ₄	69
1.2.6.4.4	Calcium als CaC ₂ O ₄	69
1.2.6.4.5	Übersicht: Analytik der Kationengruppen V und VI	70
1.2.6.4.6	Erläuterungen: Analytik der Kationengruppen V und VI	71
1.2.6.5	Die Kationengruppe III (Fe ²⁺ , Fe ³⁺ , Al ³⁺)	72
1.2.6.5.1	Die Hydroxidfällung	72
1.2.6.5.2	Eisen als Fe(OH) ₃	73
1.2.6.5.3	Eisen als Thiocyanatkomplex	75
1.2.6.5.4	Eisen als Berlinerblau	75
1.2.6.5.5	Aluminium als Al(OH) ₃	77
1.2.6.5.6	Aluminium als Morinkomplex, Fluoreszenz	78
1.2.6.5.7	Der Sodauszug	81
1.2.6.5.8	Übersicht: Analytik der Kationengruppe III	82
1.2.6.5.9	Erläuterungen: Analytik der Kationengruppe III	83
1.2.6.6	Schmelzaufschlußverfahren	84
1.2.6.6.1	Der saure Schmelzaufschluß	84
1.2.6.6.2	Der basische Schmelzaufschluß	85
1.2.6.6.3	Die Oxidationsschmelze	87
1.2.6.7	Das Löslichkeitsprodukt	89
1.2.6.8	Die Kationengruppe IV (Zn ²⁺ , Co ²⁺ , Ni ²⁺)	91
1.2.6.8.1	Die Sulfidfällung (pH 4 - 9)	91
1.2.6.8.2	Zink als ZnS	94
1.2.6.8.3	Cobalt als Co(BO ₂) ₂ (Boraxperle)	94
1.2.6.8.4	Cobalt als [Co(SCN) ₄] ²⁻	95
1.2.6.8.5	Nickel als Diacetyldioximkomplex	96
1.2.6.8.6	Übersicht: Analytik der Kationengruppe IV	97
1.2.6.8.7	Erläuterungen: Analytik der Kationengruppe IV	98
1.2.6.9	Die Kationengruppe I (Ag ⁺ , Pb ²⁺)	98
1.2.6.9.1	Die Chloridfällung	98
1.2.6.9.2	Silber als AgCl	99
1.2.6.9.3	Blei als PbI ₂	100

1.2.6.9.4 Blei als PbSO_4	100
1.2.6.9.5 Übersicht: Analytik der Kationengruppe I	101
1.2.6.9.6 Erläuterungen: Analytik der Kationengruppe I	102
1.2.6.10 Die Kationengruppe II (Pb^{2+} , Cu^{2+})	102
1.2.6.10.1 Die Sulfidfällung (pH 1 - 2)	102
1.2.6.10.2 Blei als $\text{Pb}(\text{OH})_2$	102
1.2.6.10.3 Kupfer als $[\text{Cu}(\text{NH}_3)_4(\text{H}_2\text{O})_2]^{2+}$	103
1.2.6.10.4 Übersicht: Analytik der Kationengruppe II	104
1.2.6.10.5 Erläuterungen: Analytik der Kationengruppe II	105
1.2.6.11 Übersicht: Gesamter Trennungsgang	106
1.2.7 Anionennachweise (zweiter Teil)	112
1.2.7.1 Sulfid als Ag_2S	112
1.2.7.2 Phosphat als FePO_4	113
1.2.7.3 Borat als $\text{B}(\text{OCH}_3)_3$	113
1.2.7.4 Fluorid bzw. $\text{SiO}_2/\text{Silicat}$ als SiF_4 (Wassertropfenprobe)	114
1.2.8 Analyse von Mineralien	116
1.2.8.1 Mineralien und die Geschichte der qualitativen anorganischen Analyse	116
1.2.8.2 Vorkommen von Mineralien	117
1.2.8.3 Physikalische Eigenschaften von Mineralien	120
1.2.8.3.1 Farbe und Strichfarbe	120
1.2.8.3.2 Glanz	120
1.2.8.3.3 Ritzhärte	121
1.2.8.4 Einführung in die Kristallographie	122
1.2.8.5 Chemische Eigenschaften von Mineralien	124
1.2.8.6 Technische Verwendung von Mineralien	126
1.2.8.6.1 Sulfide	126
1.2.8.6.2 Halogenide	127
1.2.8.6.3 Oxide und Hydroxide	127
1.2.8.6.4 Carbonate und Borate	128
1.2.8.6.5 Sulfate	129
1.2.8.6.6 Phosphate	129
1.2.8.6.7 Silicate	129
1.3 Entsorgung und Recycling	131
1.4 Übungsaufgaben	135
1.5 Lösungen der Übungsaufgaben	156
1.6 Hinweise für Dozenten	171
1.6.1 Leistungsbewertung	171
1.6.2 Analysensubstanzen	173
1.6.3 Protokolle zu Kapitel 1.2.8	174

2 Praktikum anorganisch-quantitative Analyse	175
2.1 Einführung und Organisation	176
2.1.1 Einführung	176
2.1.2 Organisation des Praktikums	176
2.1.2.1 Allgemeines	176
2.1.2.2 Arbeitsablauf	178
2.1.2.3 Zeitplan	180
2.1.2.4 Arbeitsplatzausrüstung	184
2.1.2.5 Maßlösungen	181
2.1.2.6 Feststoffe im allgemeinen Chemikalienregal	181
2.1.2.7 Flüssigkeiten im allgemeinen Chemikalienregal	182
2.2 Versuchsbeschreibungen	183
2.2.1 Verfahren der quantitativen Analyse	183
2.2.2 Gehaltsangaben	183
2.2.2.1 Massen-, Stoffmengen- und Volumenanteil	183
2.2.2.2 Massen-, Stoffmengen- und Volumenkonzentration	184
2.2.3 Volumenmeßgeräte	185
2.2.3.1 Allgemeines	185
2.2.3.2 Pipetten	187
2.2.3.3 Büretten	188
2.2.4 Gravimetrie	190
2.2.5 Volumetrie (Maßanalyse)	193
2.2.5.1 Zur Geschichte der Volumetrie	193
2.2.5.2 Maßlösungen	196
2.2.5.3 Neutralisationsanalyse	198
2.2.5.3.1 Säuren und Basen	198
2.2.5.3.2 Säure- und Basestärke	199
2.2.5.3.3 pK_a und pK_b -Wert	201
2.2.5.3.4 Titration einer starken einwertigen Säure mit starker Base	204
2.2.5.3.5 Titration einer schwachen einwertigen Säure mit starker Base	210
2.2.5.3.6 Titrationsen zweiwertiger Säuren/Basen mit starker Base/Säure	215
2.2.5.3.7 Säure-Base-Indikatoren	217
2.2.5.3.8 Neutralisationsanalyse und Ionenaustauscher	219
2.2.5.3.9 Neutralisationsanalyse und Rücktitration	222
2.2.5.4 Redox Titration	223
2.2.5.4.1 Manganometrie	223
2.2.5.4.2 Iodometrie	224
2.2.5.5 Komplexometrie	228
2.2.5.6 Fällungstitration	230
2.2.6 Physikalisch-chemische Verfahren	231
2.2.6.1 Konduktometrie	231
2.2.6.2 Spektralphotometrie	238

2.2.7 Mikroanalytische Wasseruntersuchungen	246
2.2.7.1 Zur Geochemie von Wasser	246
2.2.7.2 Allgemeines zu Mikrotitrationen	248
2.2.7.3 Gesamthärte	250
2.2.7.4 Calcium und Magnesium	250
2.2.7.5 Carbonathärte	251
2.2.7.6 Chlorid	251
2.2.7.7 Sauerstoff	252
2.3 Entsorgung und Recycling	256
2.4 Übungsaufgaben	257
2.5 Lösungen der Übungsaufgaben	269
2.6 Hinweise für Dozenten	278
2.6.1 Leistungsbewertung	278
2.6.2 Analysensubstanzen	279
3 Anhang	283
3.1 Gefahrstoffkennzeichnung	284
3.2 Tabellen	291
3.2.1 SI-Basiseinheiten	291
3.2.2 Abgeleitete SI-Einheiten	291
3.2.3 Vorsätze von SI-Einheiten	291
3.2.4 Umrechnungsfaktoren Druck	292
3.2.5 Umrechnungsfaktoren Energie	292
3.2.6 Physikalische Konstanten	292
3.2.7 Molare Massen der stabilen Elemente	293
3.3 Literatur und Internetadressen	294
3.4 Abkürzungen	296
Stichwortverzeichnis	297



Praktikum anorganisch-qualitative Analyse

1.1 Einführung und Organisation

1.1.1 Einführung

Die klassische anorganisch-qualitative Analyse steht in der Regel am Anfang einer Chemieausbildung, sowohl bei technischen als auch bei akademischen Lehrgängen. In Anbetracht der modernen analytischen Methoden wird immer wieder diskutiert, ob dies überhaupt noch zeitgemäß ist. Niemand würde heute z.B. die chemische Zusammensetzung von Mond- oder Marsgestein mit Hilfe des Trennungsgangs untersuchen, so wie man es noch im 19. Jahrhundert getan hätte. Wir verfügen inzwischen über wesentlich leistungsfähigere Methoden, die weniger arbeitsaufwendig und störanfällig sind, wie Atomabsorptions- und Atomemissionsspektroskopie, Massenspektrometrie, Neutronenaktivierungsanalyse oder Ionenchromatographie, um nur einige Beispiele zu nennen. Alle diese modernen Verfahren nutzen unterschiedliche physikalisch-chemische Prinzipien, sind gerätetechnisch recht aufwendig und teuer. Eine qualitative Analyse nach klassischem Vorgehen läßt sich dagegen mit sehr geringem apparativen Aufwand in einfachst ausgestatteten Labors durchführen. Allerdings fand schon **Carl Remigius Fresenius (1818 - 1897)**, der 1841 den klassischen Trennungsgang ausgearbeitet hatte, daß mindestens hundert Übungsanalysen nötig sind, um die qualitative Analyse gründlich zu erlernen [1]. In Anbetracht der Forderung nach einer Verkürzung der Studiendauer scheint sich diese Methode also geradezu zu verbieten.

Die klassischen Trenn- und Nachweisverfahren haben aber einen großen didaktischen Vorteil, denn mit einfachem Laborgerät läßt sich damit in kurzer Zeit ein umfangreiches Grundlagenwissen in Anorganischer Chemie erwerben. Durch die ständige Wiederholung bei der praktischen Ausführung der einzelnen Analysen prägt sich dieses Wissen auch besonders gut ein. Leider hat es sich im Laufe der Zeit jedoch eingebürgert, an die Praktikanten recht komplizierte Mischungen unterschiedlichster Salze auszugeben. Um die dabei auftretenden Störungen im Analysengang zu meistern, ist schon relativ viel Übung und Erfahrung nötig, über die der Anfänger eben gerade nicht verfügt. Manchmal wandelt sich die chemische Analyse dann zur Psychoanalyse, der die Person unterworfen wird, welche die Analysenprobe ausgegeben hat. Tatsächlich wurde die qualitative Analyse auch gar nicht für künstliche Aufgaben erfunden, sondern für die Analyse der anorganischen Naturstoffe, der Mineralien, und diese weisen relativ einfache Zusammensetzungen auf.

Trotz des analytischen Lehrinhalts sollte das Lernziel deshalb heute nicht so sehr die Befähigung zur Analyse beliebig komplexer Stoffgemische sein. Die Praktikanten sollen vielmehr hauptsächlich

- Kenntnis der wesentlichen Eigenschaften (z.B. Zustandsform unter gewöhnlichen Bedingungen, Farbe, Löslichkeit) häufig verwendeter anorganischer Chemikalien erwerben;
- Nachweisreaktionen zur schnellen Identifizierung anorganischer Reinstoffe oder in der Praxis vorkommender Mischungen einüben (ohne dabei teure Apparaturen verwenden zu müssen, die nur in spezialisierten Labors zur Verfügung stehen);
- in spezifische Arbeitsweisen der chemischen Analytik eingeführt werden (z.B. Blindprobe, Kontrollprobe);

- lernen, Versuche selbständig und gewissenhaft durchzuführen;
- den sachgerechten Umgang mit Chemikalien und einfachem Laborgerät üben;
- grundlegende Reaktionen der Anorganischen Chemie im Experiment kennenlernen;
- die Bedeutung der Begriffe pH-Wert, Löslichkeitsprodukt, Prinzip des kleinsten Zwanges für die Praxis erfassen;
- erkennen, daß chemisches Arbeiten auch ethische Verpflichtungen mit sich bringt (z.B. im Umweltschutz).

Das vorliegende Praktikum reduziert den klassischen Trennungsgang auf die wesentlichen Lerninhalte und stellt einen Lehrgang dar, der den Anfänger vom Einfacheren hin zum Komplexeren führt.

Das Kapitel 1.1 enthält allgemeine Angaben zur Organisation des Praktikums, zu den verwendeten Geräten und Chemikalien.

Die Kapitel 1.2.1 bis 1.2.4 enthalten allgemeine Laboratoriumstechnik und stellen die wichtigsten Eigenschaften der am häufigsten benutzten Säuren und Basen vor. Dabei werden auch die Themen pH-Wert und Redoxgleichungen zusammengefaßt. Zumindest aus der Sekundarstufe II sollte auf diesen Gebieten bereits Wissen vorhanden sein. Erfahrungsgemäß ist dieses Vorwissen der Praktikumssteilnehmer jedoch sehr heterogen. Studenten, die hier Schwierigkeiten haben, sollten sich an ihren Dozenten wenden. In einem Abschnitt über das Wasser werden auch bereits die Abwasserbelastungen thematisiert, die durch die Analyse entstehen, und die Notwendigkeit von Umweltschutz hervorgehoben.

Die Kapitel 1.2.5 bis 1.2.7 vermitteln klassische Trenn- und Nachweisverfahren für eine begrenzte Auswahl an Ionen (Kationen: NH_4^+ , Ag^+ , Pb^{2+} , Cu^{2+} , Fe^{2+} , Fe^{3+} , Al^{3+} , Zn^{2+} , Co^{2+} , Ni^{2+} , Ca^{2+} , Ba^{2+} , Mg^{2+} , Li^+ , Na^+ ; Anionen: Cl^- , SO_4^{2-} , CO_3^{2-} , NO_3^- , S^{2-} , PO_4^{3-} , Borat, F^- , Silicat). Die Versuchsvorschriften enthalten viele Hinweise auf besonders häufige Fehlerquellen.

Die Analyse wird nicht als Selbstzweck betrieben. Nach der Untersuchung künstlicher Salzgemische folgt im Kapitel 1.2.8 die Analyse eines Minerals. Innerhalb eines praktikumsbegleitenden Seminars erfolgt zuvor eine Einführung in die Mineralkunde. Dabei erhalten die Praktikumssteilnehmer Arbeitskästen mit Gesteins- und Mineralproben ausgehändigt. Mit diesem Material werden unter Anleitung verschiedene Beobachtungen angestellt, die im wesentlichen physikalischer Art sind (Farbe, Glanz, Ritzhärte, Flächenwinkel) und einen Einstieg in tiefergehende physikalisch-chemische Fragestellungen (Kristallographie) ermöglichen. Die historische Bedeutung der qualitativen Analyse für die Mineralbestimmung wird hervorgehoben, und es werden Bezüge zur Technischen Chemie hergestellt.

Das Kapitel 1.3 befaßt sich mit der Entsorgung der Chemikalienabfälle. Die Schwermetalle stellen hierbei eine besondere Herausforderung dar. Auf die stark ökotoxischen Metalle Cadmium und Quecksilber wurde bewußt verzichtet, ihre Chemie muß nicht unbedingt in einem Anfängerpraktikum vermittelt werden. Ein Weglassen der Metalle Blei, Cobalt und Nickel erscheint aus didaktischen Gründen wenig sinnvoll. Leider läßt sich das Praktikum deswegen

nicht gänzlich sonderabfallfrei durchführen. Die genannten Metalle werden jedoch in schwerlösliche Sulfide überführt und gelangen als Feststoffe in den Sondermüll.

Für jeden einzelnen Versuch sind konkrete Hinweise zur Entsorgung der Reste angegeben, die nach Möglichkeit wiederverwertet werden (dies geht besonders gut bei den Silberabfällen). Obwohl die meisten Reste als Abfall enden, sollten sie getrennt gesammelt werden, denn die Bedingungen für die Konditionierung (Abfallaufbereitung zur Endlagerung, in der Regel Fällungen) lassen sich so viel leichter kontrollieren. Die gesamte Abfallmenge ist, da verdünnte Lösungen und kleine Substanzmengen verwendet werden, relativ klein.

Das durch die experimentelle Arbeit gewonnene Wissen wird im Kapitel 1.4 durch Übungsaufgaben gefestigt und vertieft. Die Lösungen der Aufgaben finden sich im Kapitel 1.5.

1.1.2 Organisation des Praktikums

1.1.2.1 Allgemeines

Voraussetzung für die Zulassung zum Praktikum ist die Teilnahme an einer **Sicherheitsbelehrung**, die am ersten Praktikumstag durchgeführt wird.

Jeder Praktikumssteilnehmer erhält einen **Arbeitsplatz** zugewiesen und übernimmt leihweise eine vollständige Grundausrüstung an Geräten (siehe Arbeitsplatzausrüstung), die nach Abschluß des Praktikums wieder komplett abgegeben werden muß. Beschädigte oder fehlende Geräte sind zu ersetzen.

Als **Arbeitskleidung** soll ein weißer Kittel aus Baumwolle oder Baumwollmischgewebe getragen werden. Arbeitsmäntel aus reiner Chemiefaser (z.B. Nylon) sind nicht zulässig, da sie bei Bränden schlimme Wunden verursachen können.

Sämtliche Experimente werden, falls nicht anders angeordnet, von den Praktikumssteilnehmern selbständig durchgeführt. Voraussetzung dafür ist insbesondere die **Vorbereitung der Übungen** (siehe Zeitplan unten und Kapitel 1.4).

1.1.2.2 Arbeitsablauf

Analysensubstanz wird nur in die dafür vorgesehenen Porzellanreibschalen **mit** zugehörigem Pistill ausgegeben. Die Reibschalen und Pistille werden mit einem wasserfesten Stift beschriftet (erforderliche Angabe: Name und Platznummer) und auf einem besonderen Tablett abgestellt. Wenn kein leeres Probenbehältnis vorzufinden ist, kann keine Analysensubstanz abgefüllt werden. Die Analyse gilt dann als nicht durchgeführt.

Um eine Verunreinigung der Analysensubstanz und der Reagenzien durch Chemikalien-dämpfe zu vermeiden, dürfen Chemikalien nicht in offenen Gefäßen in den Unterschränken eingeschlossen werden. Wenn die Analyse nicht an einem Tag beendet wird, muß die Analysenprobe von der Reibschale in ein Rollrandglas mit Deckel oder ein Reagenzglas mit Stopfen umgefüllt werden. Das Behältnis ist mit einem wasserfesten Stift zu beschriften (erforder-

liche Angaben: Name und Analysennummer). Auch während des Arbeitens ist eine Verunreinigung der Analysensubstanz, z.B. durch verspritzte Chemikalien oder versehentliches Ausschütten der Probe, zu vermeiden (Reibschale mit Uhrglas abdecken und an einem sicheren Ort abstellen!). Die erhaltene Probenmenge (etwa ein Eßlöffel) ist gut einzuteilen, sämtliche Nachweise sind damit durchzuführen. **Nachsubstanz ist nicht erhältlich!** Nicht verbrauchte Analysensubstanz soll zu Vergleichszwecken bis nach der Korrektur des Analysenergebnisses wie oben beschrieben aufbewahrt werden.

Die **Analysenergebnisse** werden in einem Heft (DIN A4, kariert) **protokolliert**. Das Heft ist mit dem Namen und der Platznummer zu beschriften. Aus dem Zeitplan (siehe unten) ist zu ersehen, wann die einzelnen Analysen durchzuführen sind. Wenn das Ergebnis nicht im Protokollheft notiert ist (sondern z.B. auf Schmierzetteln), gilt die Analyse als nicht durchgeführt.

1.1.2.3 Zeitplan

Ein Halbtage beansprucht jeweils 3 - 4 Zeitstunden.

Halbtage	Thema	vorzubereiten ist Übung
1.	Sicherheitsbelehrung, Platzübernahme, Gasbrenner, Glasbearbeitung	-
2.	Chemie wäßriger Lösungen	1 (S. 135)
3.	Grundoperationen, Anionennachweise (erster Teil), Ammonium, Kationengruppe VI	2 (S. 137)
4.	Analyse 1 , Kationengruppe V	3 (S. 141)
5.	Analyse 2	4 (S. 142)
6.	Kationengruppe III, Sodauszug	5 (S. 143)
7.	Analyse 3	6 (S. 145)
8.	Schmelzaufschlußverfahren, Analyse 4	7 (S. 147)
9.	Löslichkeitsprodukt, Kationengruppe IV, Analyse 5 (Beginn)	8 (S. 148)
10.	Analyse 5 (Abschluß), Kationengruppe I und II	9 (S. 151)
11.	Analyse 6 (Beginn)	10 (S. 152)
12.	Analyse 6 (Abschluß) Anionennachweise (zweiter Teil)	11 (S. 153)
13.	Seminar „Mineralien, Gesteine und Kristalle“	12 (S. 155)
14.	Analyse 7 (Mineralanalyse) Entsorgung, Platzabgabe	-

1.1.2.4 Laborordnung

Um Naturgesetze zu erlernen und anzuwenden, wird im Chemielabor eine Vielzahl von Substanzen und Apparaturen eingesetzt, darunter auch solche, die bei unsachgemäßem Umgang Personen und Umwelt gefährden. Ein Kennenlernen chemischer Grundlagen mit nur harmlosen Chemikalien oder idiotensicheren Geräten ist nicht möglich. Außerdem soll der korrekte Umgang mit Gefahrstoffen während der Ausbildung geübt werden.

Zur Minderung des Gefahrenpotentials im Labor sind einige besonders wichtige Verhaltensregeln in der nachfolgenden Laborordnung zusammengefaßt. Bitte lesen Sie diese Regeln aufmerksam durch und handeln Sie danach! Grundsätzlich sind bei allen Laborarbeiten die von der Deutschen Gesetzlichen Unfallversicherung (DGUV) herausgegebenen ausführlichen „Laborrichtlinien“ maßgebend, die im Internet eingesehen werden können [2]. Bedenken Sie auch, daß bei Unfällen nur dann für Sie Versicherungsschutz besteht, wenn Sie diese Richtlinien eingehalten haben. Bei Nichtbefolgen können Sie für den entstandenen Schaden haftbar gemacht werden! **Folgende Vorschriften sind unbedingt zu beachten:**

1. Der Aufenthalt in den Praktikumsräumen ist nur den Praktikusteilnehmern erlaubt.
2. Grundsätzlich darf nur unter Aufsicht experimentell gearbeitet werden. Es dürfen nur die Versuche durchgeführt werden, die von der Laboraufsicht genehmigt sind.
3. Die Experimentalarbeiten sind so auszuführen, daß für niemanden eine Gefährdung eintritt!
4. **Rauchen, Essen und Trinken sind in den Praktikumsräumen verboten!** Garderobe und Taschen sind möglichst aus dem Labor fernzuhalten.
5. **Um die Gefahr von Augenverletzungen zu vermindern, hat jeder Praktikant in allen Laboratoriumsräumen ständig eine Schutzbrille zu tragen!** Für Verätzungen der Augen steht eine Augendusche zur Verfügung. Im Notfall muß damit mindestens 10 min ausgewaschen werden (ggf. zieht ein Helfer die Augenlider auseinander), danach ist unbedingt und unverzüglich ein Arzt aufzusuchen!
6. Als Steighilfen (z.B. zum Erreichen eines Regalbordes) sind Sicherheitstreppe zu verwenden.
7. Jeder Praktikant ist gehalten, sich über den Aufbewahrungsort der dem Arbeitsplatz nächstliegenden Verbandskästen, Feuerlöschgeräte (CO₂-Löcher, Löschdecken) sowie über die Handhabung der Löschbrausen zu informieren. Die Laboraufsicht ist unverzüglich zu informieren, wenn ein Löschgerät benutzt wurde oder nicht ordnungsgemäß funktioniert. Bei Bränden ist ohne Panik möglichst schnell und umsichtig zu handeln. **Lange Haare sind wegen Brandgefahr zusammenzubinden!**
8. Beim Arbeiten mit brennbaren Flüssigkeiten in Mengen bis zu 50 ml sind sämtliche offenen Flammen im Umkreis von mindestens 2 m zu löschen. Größere Mengen als 50 ml an brennbaren Flüssigkeiten dürfen nur in einem (eingeschalteten) Abzug gehandhabt werden, in dem sich kein offenes Feuer befindet. Die Flaschen sind nach Entnahme der Flüssigkeiten sofort wieder zu verschließen (Lösungsmitteldämpfe sind schwerer als Luft und

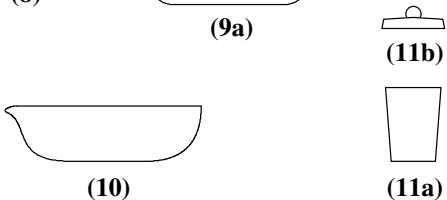
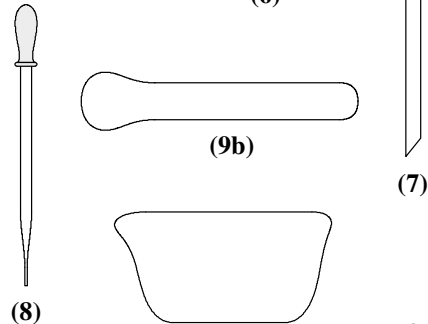
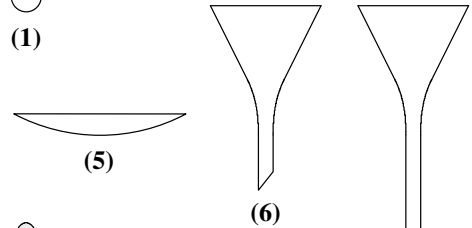
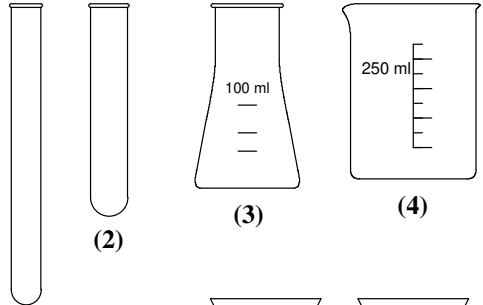
können auf den Arbeitsflächen entlangkriechen). Es ist verboten, brennbare Flüssigkeiten in den Unterschränken aufzubewahren. Arbeitsgänge mit brennbaren Flüssigkeiten bedürfen ständiger Überwachung. **Erhitzen von organischen Lösungsmitteln in offenen Gefäßen oder auf offener Flamme ist verboten!**

9. Konz. Salzsäure, konz. Salpetersäure, konz. Schwefelsäure, konz. Essigsäure und konz. Ammoniaklösung dürfen nur in den Abzügen aufbewahrt und gehandhabt werden. Arbeiten, bei denen giftige, reizende oder übelriechende Gase oder Dämpfe verwendet oder entwickelt werden (z.B. Darstellung und Einleiten von H_2S , Durchführung von Schmelzaufschlüssen), sind in den Abzügen durchzuführen. Die Abzugsfenster sind dabei soweit wie möglich zu schließen. **Der Praktikumssteilnehmer hat sich zu überzeugen, daß der Abzugsmotor eingeschaltet (Kontrollampe und Motorgeräusch) und die Abzugsklappe geöffnet ist.**
10. Wegen Verunreinigungsgefahr der Reagenzien ist die direkte Benutzung von Vorratsflaschen anstelle des Reagenziensatzes beim experimentellen Arbeiten verboten! Für die Reinhaltung und Füllung des jeweiligen Satzes sind die Praktikanten selbst verantwortlich. Chemikalien dürfen aus den Vorratsflaschen nur mit einem sauberen, trockenen Spatel oder mit einer sauberen, trockenen Pipette entnommen werden. Beim Abfüllen von Flüssigkeiten und Feststoffen sind Trichter zu verwenden!
11. Erfahrungsgemäß verwendet der Anfänger viel zu große Substanzmengen. **Bitte sparen Sie an Chemikalien, wo immer es möglich ist. Abfälle sind jeweils nach Anweisung zu entsorgen.** Durch sparsame Verwendung von Chemikalien und gewissenhafte Entsorgung leisten Sie einen aktiven Beitrag zum Umweltschutz! Die Ausgüsse und das Kanalnetz sind vor Verunreinigung und Verstopfung zu schützen.
12. Bitte helfen Sie mit, unnötigen Verbrauch von Gas, Strom und Wasser zu vermeiden. **Am Ende eines Praktikumstages sind alle Gas- und Wasserhähne zu schließen, außerdem müssen die Elektrostecker aus den Steckdosen gezogen werden.** Arbeitsplätze und Abzüge sind stets sauber zu halten und nach Beendigung der Arbeiten soweit wie möglich abzuräumen. Alle Gefäße oder Apparaturen, die nach dem Praktikumsende stehen bleiben sollen, sind mit Namensschild und Datum zu versehen.
13. Alle allgemeinen Geräte sind mit Sorgfalt zu behandeln. Speziellen Bedienungsanweisungen ist Folge zu leisten. Auftretende Mängel sind sofort der Laboraufsicht mitzuteilen.
14. **Pipettieren mit dem Mund ist verboten!** Zum Ansaugen von Flüssigkeiten mit Pipetten ist ein Peleusball zu verwenden.

1.1.2.5 Arbeitsplatzausrüstung

Glasgeräte:

- 1 gr. Reagenzglas (200/30 mm)
mit 1 Gummistopfen (1)
- 6 mi. Reagenzgläser (160/16 mm)
mit 1 Gummistopfen (1)
- 6 kl. Reagenzgläser (100/10 mm)
mit 1 Gummistopfen (1)
- 6 Zentrifugengläser (2)
- 1 Enghalsserlenmeyerkolben (100 ml)
mit 1 einfach durchbohrten
Gummistopfen (3)
- 2 Bechergläser (250 ml) (4)
- 2 Rollrandgläser
mit 2 Schnapdeckeln
- 3 Uhrgläser (5 - 8 cm) (5)
- 1 Glastrichter (5 cm) (6)
- 1 Analysenrichter (7)
- 6 Tropfpipetten (150/6/1 mm)
mit 3 Gummihütchen (8)
- 3 Glasstäbe (30 cm)
- 1 Kobaltglas



Porzellangeräte:

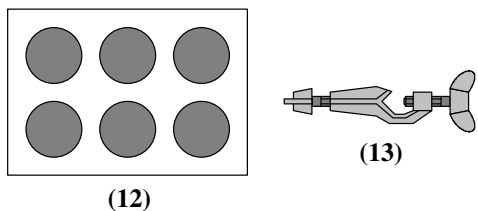
- 1 Reibschale (85 mm) (9a)
mit 1 Pistill (9b)
- 1 Abdampfschale (125/90) (10)
- 1 Schmelztiegel (103/35) (11a)
mit Deckel (11b)
- 1 Tüpfelplatte (12)

Stativmaterial:

- 1 Doppelkreuzmuffe (13)
- 1 Stativklemme (14)
- 1 Stativstange
mit Fuß

Verschiedenes:

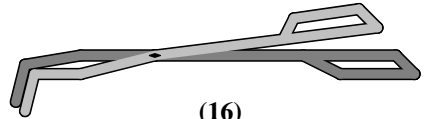
- 1 Kunststoffspritze (20 ml) (15)
mit 1 Kanüle (1,2/40 mm) und Poly-
ethylenschlauch (1,14 mm/100 mm)
- 1 Tiegelzange (16)
- 1 Reagenzglashalter Holz (17)



- 1 Spritzflasche (500 ml) **(18)**
- 1 Mikrospatel Edelstahl
- 1 PS-Zentrifugenglas
mit 1 einfach durchbohrten
Gummistopfen
- 1 Reagenzglasgestell
für mi. Reagenzgläser
- 1 Reagenzglasgestell
für kl. Reagenzgläser
- 1 Indikatorpapierbox Kunststoff



(15)



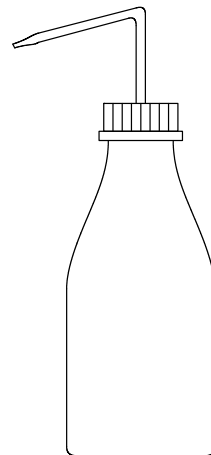
(16)



(17)

Gasbrenner und Zubehör:

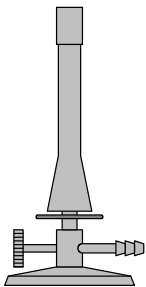
- 1 Teclu- oder Bunsenbrenner **(19)**
- 1 Tondreieck **(20)**
- 1 Ceranplatte
- 1 Dreifuß **(21)**



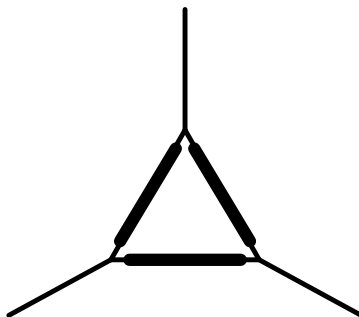
(18)

Verbrauchsmaterial:

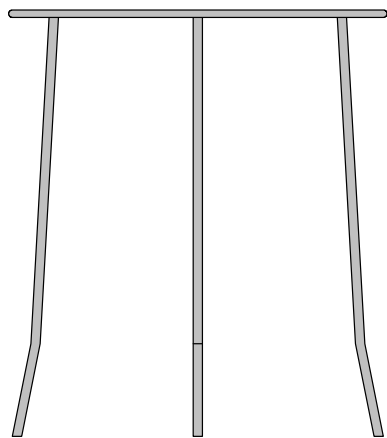
- 1 Rolle Indikatorpapier (pH 1 - 11)
- 1 Packung Rundfilter
Magnesiastäbchen
Magnesiarinnen
Siedesteinchen



(19)



(20)



(21)

1.1.2.6 Feststoffe im allgemeinen Chemikalienregal

Anmerkung: In den nachfolgenden Listen ist Kristallwasser nicht angegeben. Die Gefahrstoffpiktogramme entsprechen denen der GESTIS-Stoffdatenbank [3], die zugehörigen H- und P-Sätze (siehe Kapitel 3.1, S. 284) befinden sich auf den Etiketten der Vorratsbehälter.

Aluminiumoxid (9) Al_2O_3	-	-
Ammoniumacetat (10) $\text{CH}_3\text{COONH}_4$	-	-
Ammoniumcarbonat (11) $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$		Achtung
Ammoniumchlorid (12) NH_4Cl		Achtung
Ammoniumeisen(II)sulfat (13) $\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2$	-	-
Ammoniumoxalat (14) $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$		Achtung
Ammoniumsulfat (15) $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$	-	-
Ammoniumthiocyanat (16) NH_4SCN		Achtung
Bariumchlorid (17a) BaCl_2		Gefahr
Bariumsulfat (18) BaSO_4	-	-
Blei(II)acetat (19) $\text{Pb}(\text{CH}_3\text{COO})_2$		Gefahr
Calciumchlorid (20) CaCl_2		Achtung
Calciumfluorid (21) CaF_2	-	-
Calciumhydroxid (22) $\text{Ca}(\text{OH})_2$		Gefahr
Cobalt(II)chlorid (23) CoCl_2		Gefahr
Diacetyldioxim $\text{C}_4\text{H}_8\text{O}_2\text{N}_2$ (24) Diacetyldioxim		Achtung
Eisen(III)chlorid (25) FeCl_3		Gefahr
Eisen(III)oxid (26) Fe_2O_3	-	-
Eisen(II)sulfid (27) FeS		Achtung
Kaliumaluminiumsulfat (28) $\text{KAl}(\text{SO}_4)_2$	-	-
Kaliumcarbonat (29) K_2CO_3		-
Kaliumhexacyanoferrat(II) (30) $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$	-	-
Kaliumhexacyanoferrat(III) (31) $\text{K}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6]$	-	-
Kaliumhydrogensulfat (32) KHSO_4		Gefahr
Kaliumiodid (33) KI	-	-
Kaliumnitrat (34) KNO_3		Achtung
Kupfer(II)sulfat (35) CuSO_4		Achtung
Lithiumchlorid (36) LiCl		Achtung
Magnesium (37) Mg-Band	-	-

Magnesiumchlorid (38) MgCl ₂	-	-
Mangandioxid (39) MnO ₂		Gefahr
Morin C ₁₅ H ₁₀ O ₇ (40) Morin		Achtung
α-Naphthylamin C ₁₀ H ₉ N (41a) α-Naphthylamin		Achtung
Natriumacetat (42) CH ₃ COONa	-	-
Natriumcarbonat (43) Na ₂ CO ₃		Achtung
Natriumchlorid (44) NaCl	-	-
Natriumdihydrogenphosphat (45) NaH ₂ PO ₄	-	-
Natriumfluorid (46) NaF		Gefahr
Natriumhydroxid (6a) NaOH		Gefahr
Natriumsulfat (47) Na ₂ SO ₄	-	-
Natriumtetraborat (48) Na ₂ B ₄ O ₇		Gefahr
Natriumthiosulfat (49) Na ₂ S ₂ O ₃	-	-
Nickel(II)sulfat (50) NiSO ₄		Gefahr
Silbernitrat (51) AgNO ₃		Gefahr
Siliciumdioxid (52) SiO ₂	-	-
Sulfanilsäure C ₆ H ₇ O ₃ NS (41b) Sulfanilsäure		Achtung
Sulfidogen (Schwefel-Paraffin-Mischung)	-	-
Titandioxid (53) TiO ₂	-	-
Titanylsulfat TiOSO ₄		Gefahr
Zinksulfat (55) ZnSO ₄		Gefahr

1.1.2.7 Flüssigkeiten im allgemeinen Chemikalienregal

A) Säuren und Laugen

Essigsäure (Eisessig) CH ₃ COOH		Gefahr
Essigsäure (1) 5 %ige CH ₃ COOH		
Salpetersäure konz. HNO ₃		Gefahr
Salpetersäure (2) 5 %ige HNO ₃		
Salzsäure konz. HCl		Gefahr
Salzsäure (3) 5 %ige HCl		
Schwefelsäure konz. H ₂ SO ₄		Gefahr
Schwefelsäure (4) 5 %ige H ₂ SO ₄		
Ammoniakwasser 25 %iges NH ₃		Gefahr
Ammoniakwasser (5) 5 %iges NH ₃		
Natronlauge (6b) 5 %ige NaOH		Gefahr

B) Organische Lösungsmittel

Aceton (CH ₃) ₂ CO (7) Aceton		Gefahr
Ethanol C ₂ H ₅ OH (8) 96 %iges Ethanol		Gefahr
Methanol CH ₃ OH		Gefahr

C) Lösungen

Ammoniumoxalat (14) 3 %ige (NH ₄) ₂ C ₂ O ₄ -Lsg.		Achtung
Ammoniumsulfat (15) 5 %ige (NH ₄) ₂ SO ₄ -Lsg.	-	-
Calciumhydroxid (22) Ca(OH) ₂ -Lsg.		Gefahr
Natriumchlorid ges. NaCl-Lsg.	-	-
Wasserstoffperoxid (54) 30 %iges H ₂ O ₂		Gefahr

1.1.2.8 Chemikalien des Reagenssatzes

Aus den Vorratsflaschen im allgemeinen Chemikalienregal (siehe oben) werden die für die Versuche am häufigsten benötigten Chemikalien in (mehrere, farblich unterschiedlich etikettierte, identische) Reagenssätze abgefüllt. Flüssigkeiten werden dabei in PE-Tropfflaschen (50 ml), Feststoffe in PE-Döschen mit Schnappdeckel (50 ml) aufbewahrt.

A) Säuren und Laugen

Essigsäure (1) 5 %ige CH ₃ COOH
Salpetersäure (2) 5 %ige HNO ₃
Salzsäure (3) 5 %ige HCl
Schwefelsäure (4) 5 %ige H ₂ SO ₄
Ammoniakwasser (5) 5 %iges NH ₃
Natriumhydroxid (6a) NaOH
Natronlauge (6b) 5 %ige NaOH

B) Organische Lösungsmittel

Aceton (CH ₃) ₂ CO (7) Aceton
Ethanol C ₂ H ₅ OH (8) 96 %iges Ethanol

C) Feststoffe und Lösungen

Anmerkung: In der nachfolgenden Liste ist Kristallwasser nicht angegeben. Die verdünnten Lösungen weisen in der Regel ein kleineres Gefahrenpotential auf, als die ungelösten Stoffe vor dem Vermischen. In Abhängigkeit von der Konzentration wäre deshalb strenggenommen eine eigene Gefahrstoffklassifizierung nötig. Betrachten Sie die Lösungen jedoch als prinzipiell genauso gefährlich wie die Substanzen aus denen sie hergestellt sind.