

**Praktikum Chemie I**  
**für Verfahrenstechniker TU HH**

Versuche 1 - 9

Organisation:

Olivera Stojkovic  
AK Prof. Dr. W. Kaminsky  
Tel.: 42838 - 3171

Jeder Teilnehmer muß vor dem Praktikum das Sicherheitsseminar besuchen.

Vor jedem Versuch wird ein Kolloquium mit dem jeweiligen Assistenten gehalten. Bei nicht Bestehen wird der Versuch erst nach erfolgreicher Wiederholung des Kolloquiums testiert. Nach Erhalt aller erforderlichen Unterschriften wird der Testatzettel bei der Praktikumsleitung abgegeben, es wird kein Schein ausgestellt, das Prüfungsamt wird direkt über das abgeschlossene Praktikum informiert.

## Literatur

Für qualitative Analysen:

- Jander/Blasius "Lehrbuch der analytischen und präparativen anorganischen Chemie" (rot), Hirzel, 14. Auflage, 1995  
Jander/Blasius "Einführung in das anorganisch-chemische Praktikum" (einschl. der quantitativen Analyse, blau), Hirzel, 14. Auflage, 1995

Für quantitative Analysen:

- Jander/Jahr "Maßanalyse", de Gruyter

Für chemische Grundlagen:

- Riedel "Allgemeine und Anorganische Chemie. Ein Lehrbuch für Studenten mit Nebenfach Chemie", de Gruyter, 7. Auflage, 1999  
Mortimer "Chemie", Thieme, 7. Auflage, 2001  
Christen "Grundlagen der Allgemeinen und Anorganischen Chemie", Salle + Sauerländer, 1997

Sicherheitsdaten:

Merck-Chemikalienkatalog 2002

oder im Internet z.B. unter

<http://www.merck.de/english/services/chemdat/german/katalog/index.htm>

<http://www.chemie.fu-berlin.de/chemistry/safety/chemsafety.html>

# Versuch 1

## Darstellung von Kupfer-(II)-sulfat

### Stichwörter:

Komplexe, Salze, Löslichkeitsprodukt

### Chemikalien:

CuO, 6N Schwefelsäure

### Geräte:

100ml Becherglas, Magnetrührer, Wasserstrahlpumpe, Saugflasche, Gummikonus, Büchnertrichter, Filterpapier

### Versuchsdurchführung:

In einem 100ml Becherglas mit Magnetrührstäbchen werden 2g Kupfer-(II)-oxid in ca. 5 ml H<sub>2</sub>O durch einen Magnetrührer suspendiert; zu dieser Suspension werden ca. 10 ml einer 6N Schwefelsäure gegeben und erwärmt, bis sich eine klare, blaue Lösung bildet. Das Produkt wird nach dem Abkühlen mit etwas iso-Propanol versetzt und dann abfiltriert. Anschließend wird es bei 60 °C getrocknet.

### Fragen:

Wie groß ist die maximal zu erhaltende Ausbeute, wie groß ist die erhaltene Ausbeute ?  
Warum und wodurch unterscheiden sich die beiden Werte ?

**Das hier hergestellte Kupfer-(II)-sulfat wird in Form einer Lösung für die Versuche 4 und 7 eingesetzt.** Hierfür werden vor der Durchführung des ersten dieser beiden Versuche etwa 1.5 g Kupfersulfat in einem 50ml Becherglas genau eingewogen und mit 30 ml Wasser gelöst. Diese Lösung muß quantitativ in einen 100 ml Maßkolben überführt werden; dann wird der Kolbeninhalt auf 100ml aufgefüllt.

## Versuch 2

### Redoxreaktionen

#### Fragen:

- 1) Wie ist das Periodensystem aufgebaut ?
- 2) Was ist Hybridisierung ?
- 3) Was ist Elektronegativität ?
- 4) Was ist eine Oxidationszahl; wie wird sie bestimmt ?
- 5) Wie kennzeichnet man eine Oxidationszahl ?
- 6) Wie werden anhand des Periodensystems die stabile Oxidationszahlen erkannt ?

#### Chemikalien:

Kaliumiodatlsg.; 0.1N Natriumthiosulfatlsg.; 2N Salzsäure; konz. Salzsäure; Kaliumiodid; Mangandioxid; Stärkelsg.; Kaliumpermanganat; Mangandichlorid; Bleidioxid; Natriumhydroxid; Iod; Wasserstoffperoxidlsg. ; pH-Papier

#### Geräte:

100ml Meßkolben, 20 ml Vollpipetten; 300 ml Erlenmeyerkolben; Bürette; Reagenzgläser; Reagenzglashalter; Spatel

#### 1) H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>-Zerfall

##### *Versuchsdurchführung:*

Zu wenigen ml H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> gibt man eine Spatelspitze Mangandioxid MnO<sub>2</sub> (Braunstein).

##### *Fragen:*

- 1.1) Was ist ein Katalysator ?
- 1.2) Welche Beobachtungen konnten gemacht werden ?
- 1.3) Wie lautet die Reaktionsgleichung ?

#### 2) Synproportionierung von MnO<sub>4</sub><sup>-</sup> und Mn<sup>2+</sup>

##### *Versuchsdurchführung:*

Zu einer alkalischen Lösung (Natronlauge) von 3 kleinen Kristallen Kaliumpermanganat werden einige Tropfen wäßriger Mangan-(II)-chlorid Lösung gegeben.

##### *Fragen:*

- 2.1) Was ist eine Synproportionierung, was ist eine Disproportionierung ?
- 2.2) Welche Oxidationsstufen des Mangan sind bekannt; welche Farben haben sie ?
- 2.3) Welche Beobachtungen können gemacht werden ?
- 2.4) Wie lautet die Reaktionsgleichung ?

#### 3) Darstellung von Chlor

##### *Versuchsdurchführung:*

##### **Der Versuch ist im Abzug durchzuführen.**

In einem Reagenzglas gibt man zu einer Spatelspitze Bleidioxid PbO<sub>2</sub> 1-2 ml konz. Salzsäure hinzu und erwärmt unter dem Abzug. In das Reagenzglas hält man angefeuchtetes pH-Papier und weist so das gebildete Chlor durch seine Bleichwirkung nach.

*Fragen:*

- 3.1) Welches Bleisalz ist weiß; warum ist es nicht schwarz ?
- 3.2) Wodurch würde sich das pH-Papier rot färben ?
- 3.3) Welche Beobachtungen können gemacht werden ?
- 3.4) Wie lautet die Reaktionsgleichung ?

#### 4) Disproportionierung von Iod

*Versuchsdurchführung:*

Wenige Kristalle Iod werden in 2 ml 2N Salzsäure gelöst und dann tropfenweise mit NaOH-Lsg. versetzt, bis eine Verfärbung eintritt. Dann wird langsam wieder angesäuert.

*Fragen:*

- 4.1) Was passiert mit instabilen Oxidationsstufen ?
- 4.2) Welche Beobachtungen können gemacht werden ?
- 4.3) Wie lautet die Reaktionsgleichung ?

#### 5) Wasserstoffperoxid als Reduktions- und Oxidationsmittel

*Versuchsdurchführung:*

- a) 3 Kristalle Kaliumpermanganat werden in 2 ml H<sub>2</sub>O gelöst. Anschließend wird 1 ml H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> zugesetzt.
- b) 3 Kristalle Kaliumpermanganat werden in 2 ml Wasser, welches mit ca. 20 Tropfen 6N Schwefelsäure angesäuert wurde, gelöst. Anschließend wird 1 ml H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> zugesetzt.
- c) 1 ml Kaliumiodidlsg. wird mit zwei Tropfen 6N Schwefelsäure versetzt. Dazu gibt man 1ml H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>.

*Fragen:*

- 5.1) Welche Beobachtungen können gemacht werden ?
- 5.2) Wie lautet die Reaktionsgleichung ?

#### 6) Quantitative Analyse von Iodat

*Versuchsdurchführung:*

Der Kolben mit der Kaliumiodatlsg. unbekannter Konzentration wird mit Wasser auf 100 ml aufgefüllt und gut geschüttelt.

20 ml werden mit einer Vollpipette in einen Erlenmeyerkolben abpipettiert und mit ca. 100ml Wasser verdünnt. Zu dieser Lösung gibt man ca. 6 ml Kaliumiodidlsg. und 5 ml 6N Salzsäure. Die Lösung wird dann mit einer 0.1N Natriumthiosulfatlsg. titriert, bis sie nur noch schwach gelb gefärbt ist. Nachdem dann tropfenweise Stärkelsg. bis zur Blaufärbung zugesetzt worden ist, wird bis zum Verschwinden der blauen Farbe weitertitriert. Die Titration wird wiederholt.

*Fragen:*

- 6.1) Warum muß angesäuert werden ?
- 6.2) Warum gibt man Stärke dazu ?
- 6.3) Welche Beobachtungen konnten gemacht werden ?
- 6.4) Wie lauten die Reaktionsgleichungen ?
- 6.5) Wieviel Kaliumiodat befand sich im Meßkolben ?
- 6.6) Welche Oxidationsstufen hat der Schwefel im Thiosulfat und im Dithionat ?

## Versuch 3

### Anionennachweise

#### Versuchsziel und -durchführung

Ziel des Versuches ist es, mit einer unbekanntem Substanzmischung eine Anionenanalyse durchzuführen. Dazu wird von einem Teil der Probe ein Sodauszug gemacht.

Für den Sodauszug wird ein Gemisch aus ca. 0.7 g der Analysesubstanz mit etwa der dreifachen Menge an Natriumcarbonat (Soda) in ca. 50 ml Wasser aufgeschlämmt und dann etwa 10 min. gekocht. Der unlösliche Rückstand wird abfiltriert und im Filtrat (nach vorsichtigem Ansäuern mit der jeweilige Säure) auf die Anionen geprüft.

Frage: Warum wird ein Sodauszug gemacht?

Für eine eindeutige Analyse des Sodauszugs werden parallel zum jeweiligen Nachweis sogenannte Blindproben durchgeführt.

Frage: Was versteht man unter dem Begriff Blindprobe? Warum macht man sie?

#### Geräte:

Reagenzgläser; Reagenzglashalter; Reagenzglasständer; Spatel; Bunsenbrenner

#### Chemikalien

Natriumcarbonat, Natriumsulfat, verd. Salzsäure, Bariumchlorid, Kaliumnitrat, Ammoniumeisen(II)sulfat, 6 N Schwefelsäure, konz. Schwefelsäure, Bariumhydroxid, Kaliumchlorid, Kaliumbromid, Kaliumiodid, verd. Salpetersäure, Silbernitratlösung, verd. Ammoniak, konz. Ammoniak

#### 1) Sulfat Nachweis

*Versuchsdurchführung:*

Blindprobe: Eine Spatelspitze Natriumsulfat wird in etwas Wasser gelöst, mit verd. Salzsäure angesäuert und anschließend mit BaCl<sub>2</sub>-Lösung versetzt.

Analyse: Der Sodauszug wird mit verd. Salzsäure angesäuert und dann mit BaCl<sub>2</sub>-Lsg versetzt.

*Fragen:*

- 1.1) Warum wird angesäuert?
- 1.2) Welche Beobachtungen konnten gemacht werden ?
- 1.3) Wie lautet die Reaktionsgleichung ?

#### 2) Nitrat Nachweis (Ringprobe)

Blindprobe: 3 ml einer Kaliumnitratlösung werden im Reagenzglas mit 3ml einer gesättigten Ammoniumeisen-(II)-sulfatlsg. versetzt und mit einem Tropfen 6 N Schwefelsäure angesäuert. Die Lösung wird vorsichtig mit konz. Schwefelsäure unterschichtet, indem man das Reagenzglas schräg hält und die konz. Schwefelsäure an der Reagenzglaswand herunterfließen läßt.

Analyse: Der Sodauszug wird mit verd. H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> angesäuert und dann das Nitrat durch die Ringprobe nachgewiesen.

*Fragen:*

- 2.1) Welche Beobachtungen können gemacht werden ?
- 2.2) Wie lautet die Reaktionsgleichung ?
- 2.3) Was für eine Reaktion läuft ab ?

### 3) Nachweis von Carbonat

*Versuchsdurchführung:*

Eine Spatelspitze Natriumcarbonat wird in einem Reagenzglas mit einigen Tropfen 6N Salzsäure versetzt. Es wird schnell ein mit gesättigter Bariumhydroxidlg. gefülltes Gasröhrchen aufgesetzt.

Analyse: aus der Ursubstanz

*Fragen:*

- 3.1) Warum darf man Carbonat nur aus der Ursubstanz und nicht aus dem Sodauszug nachweisen?
- 3.2) Welche Beobachtungen können gemacht werden ?
- 3.3) Wie lautet die Reaktionsgleichung ?
- 3.4) Könnte man auch ein mit Natriumhydroxidlg. gefülltes Gasröhrchen benutzen? Warum?

### 4) Halogenidnachweise

Nachweis von Chlorid, Bromid und Iodid nebeneinander

*Versuchsdurchführung:*

Jeweils eine Spatelspitze KCl, KBr und KI werden in einigen ml Wasser gelöst und mit etwas Salpetersäure angesäuert. Die Halogenide werden mit  $\text{AgNO}_3$  Lsg. ausgefällt. Die Halogenidfällung wird abfiltriert und 1 min. lang mit 1-2 ml verd. Ammoniak gerührt. AgCl wird hierbei aufgelöst, während AgBr und AgI unlöslich sind. Die Lösung wird filtriert und das Filtrat mit KI auf die Anwesenheit von  $\text{Ag}^+$ -Ionen getestet. Der Filtrerrückstand wird in einem Reagenzglas mit konz. Ammoniaklg. versetzt: AgBr löst sich auf, AgI nicht. Nach Filtration wird im Filtrat erneut durch Zusatz von KI auf  $\text{Ag}^+$ -Ionen aus dem AgBr getestet.

Analyse: Der Sodauszug wird mit verd.  $\text{HNO}_3$  angesäuert und dann die Halogenide mit  $\text{AgNO}_3$  Lsg ausgefällt. Nachweis s.o..

*Fragen:*

- 4.1) Welche Rolle spielt das Löslichkeitsprodukt bei der Fällung ?
- 4.2) Warum löst sich AgCl in verd. Ammoniak, AgBr und AgI jedoch nicht ?
- 4.3) Wie lauten die Reaktionsgleichungen ?
- 4.4) Welche Anionen enthielt die Analyse ?

## Versuch 4

### 1. Kolorimetrie zur Bestimmung von Kupfer

#### Chemikalien:

0.02 mol/l Kupfersulfateichlsg.; 6 N Ammoniaklsg.; Kupfersulfatlsg. aus Versuch 1

#### Geräte:

Kolorimeter; Küvetten; Pipettierball; 10, 15, 20 und 25 ml Vollpipetten; 5 x 100 ml Maßkolben; Meßzylinder

#### Einführung

Bei der Kolorimetrie (Photometrie) wird über die Lichtabsorption einer farbigen Lösung ihr Gehalt an der gelösten Substanz bestimmt. Dazu muß die Lösung klar sein und die Farbigkeit in direktem Zusammenhang zur Konzentration stehen. Die Probe wird in eine Küvette überführt und durch diese monochromatisches Licht der Wellenlänge mit der maximalen Lichtabsorption geschickt (nur so kann die größte Empfindlichkeit gewährleistet werden). Dieses Licht wird dabei teilweise absorbiert. Die Absorption ist nicht direkt meßbar, es werden die Intensitäten des auftreffenden ( $I_0$ ) und des durchgelassenen Lichts ( $I$ ) gemessen. Die Extinktion ist definiert als

$$E = \log(I_0/I).$$

Bei monochromatischem Licht gilt darüber hinaus das Lambert-Beersche Gesetz:

$$E = e \cdot c \cdot d,$$

wobei  $e$  = Extinktionskoeffizient;  $c$  = Konzentration und  $d$  = Schichtdicke der Küvette.

#### Versuchsdurchführung:

##### *a) Kalibrierung des Kolorimeters*

In je einem 100 ml Maßkolben werden 10, 15, 20 und 25 ml der Kupfersulfateichlsg. und ca. 12 ml einer 6 N Ammoniaklsg. gegeben und anschließend mit Wasser auf 100 ml aufgefüllt. Diese Lösungen werden in Küvetten überführt. Für den Nullabgleich des Gerätes wird jeweils eine mit dest. Wasser gefüllte Küvette in den Küvettenschacht gestellt und dann die Anzeige auf Null gesetzt.

Zur Aufnahme der Kalibrierkurve wird nach dem jeweiligen Nullabgleich die Küvette mit der konzentriertesten Lösung vermessen. Es gilt hierbei zunächst durch Probieren herauszufinden, in welchem Filterbereich die maximale Extinktion beobachtet wird. Bei dieser Wellenlänge werden dann die vier Proben zur Aufnahme der Kalibrierkurve vermessen. Die jeweilige Extinktion wird gegen den Gehalt an Cu (mg/l) aufgetragen. Es sollte sich gemäß des Lambert-Beerschen Gesetzes eine Gerade ergeben, dessen Steigung mittels linearer Regression ermittelt wird.

##### *b) Quantitative Analyse des Kupfersulfats*

5 ml der aus dem in Versuch 1 hergestellten Kupfersulfatlösung (s. Versuch 1) werden nach Zugabe von 12 ml 6 N Ammoniaklösung in einem Maßkolben auf 100 ml aufgefüllt und dann vermessen. Der Gehalt wird mit Hilfe der Kalibriergeraden (mit Korrelationskoeffizient) ermittelt. Das Ergebnis wird mit ggf. dem durch Elektrolyse ermittelten Wert verglichen. Wie genau sind die Methoden? Wieviel Kristallwasser enthält das dargestellte Kupfersulfat (vgl. Elektrogravimetrie).

#### Fragen:

- 1.1. Warum wird Ammoniaklösung hinzugegeben?
- 1.2. Wieso sind die Lösungen farbig?

## 2. Spektralanalyse

### Chemikalien:

Natriumchlorid; Bariumchlorid; Kaliumchlorid; Calciumchlorid; Lithiumchlorid; Strontiumchlorid; Magnesiastäbchen

### Geräte:

Stativ; Bunsenbrenner; Handspektroskop; Uhrgläser

### Einführung

Jedes Element weist ganz charakteristische Spektrallinien auf, an denen es - auch in Gegenwart anderer Elemente - eindeutig identifiziert werden kann.

Bei einem gegebenen Atom kommt einem Elektron, je nachdem in welchem Orbital es sich befindet, ein ganz bestimmter Energiewert zu. Wird nun Energie zugeführt (thermisch, elektrisch, optisch, chemisch) so können Elektronen auf energiereichere Orbitale angehoben werden. Das Elektron verweilt kurz ( $10^{-8}$ - $10^{-9}$  s) und fällt dann wieder in ein energieärmeres Orbital zurück; die hierbei freiwerdende Energie wird in Form von Licht ausgesendet. Da die Energie gequantelt ist, sind nur ganz bestimmte Energiedifferenzen und somit auch Wellenlängen des emittierten Lichts möglich. Betrachtet man das von einem glühenden Körper ausgesandte Licht durch ein Prisma, so beobachtet man ein Kontinuum der Farben. Anders ist dies im Fall glühender Gase und Dämpfe, diese geben ein diskontinuierliches Spektrum, man beobachtet die typischen Spektrallinien.

### Versuchsdurchführung:

Das Spektroskop wird scharfgestellt, indem eine Leuchtstoffröhre anvisiert wird; im gelbgrünen Bereich sollte eine Doppellinie erkennbar sein. Es wird dann so eingespannt, daß das obere Drittel der Bunsenbrennerflamme betrachtet werden kann.

Von jedem Salz wird eine Spatelspitze in dest. Wasser gelöst. In die Lösung wird ein Magnesiastäbchen getaucht, das dann in die Bunsenbrennerflamme direkt über dem Kegel gehalten wird.

Es werden die Spektren von Natrium, Kalium, Barium, Calcium, Lithium und Strontium durch das Handspektroskop beobachtet. Auf ein Protokollblatt werden 6 gleich große Kästen von je mind. 2\*4 cm gezeichnet, in die die jeweils beobachteten Linien eingetragen werden.

Anschließend wird die zu untersuchende Substanz (dieselben wie in Versuch 3) analysiert.

### Fragen:

- 2.1) Was versteht man unter Quantelung?
- 2.2) Was ist das Bohrsche Atommodell?
- 2.3) Welches der Kationen ist mit giftig gekennzeichnet?
- 2.4) Welche Kationen enthält die zu analysierende Substanz?
- 2.5) Wie unterscheiden sich die Analysenmethoden 1. und 2. voneinander?

### Literaturtip:

Mortimer, *Chemie*, Thieme, Stuttgart, 1996, 61-67

## Versuch 5

### Potentiometrie zur Bestimmung von Phosphorsäure

#### Fragen:

- 0.1) Was ist eine Bezugs elektrode; was ist eine Arbeitselektrode ?
- 0.2) Was ist die Normalwasserstoffelektrode
- 0.3) Was ist die Kalomelektrode ? Wie funktioniert sie ?
- 0.4) Was ist eine Einstabmeßkette ?
- 0.5) Wie lautet die Nernstsche Gleichung ?

#### Chemikalien:

Phosphorsäure, 0.1 N Natronlauge; Ammoniumchloridlsg.; Cola; 1 Reinigungsmittel; 1 Düngemittel; Magnesiumchloridlsg.

#### Geräte:

100 ml Maßkolben; 20 und 50 ml Vollpipette; 400 ml Becherglas; Potentiometer; Meßelektrode; Erlenmeyerkolben; Filterpapier; Filtertrichter

### 1. Quantitative Analyse von Phosphorsäure

#### *Durchführung*

Der 100 ml Meßkolben mit der unbekanntem Menge Phosphorsäure wird mit Wasser aufgefüllt und geschüttelt. Für die Titration werden 20 ml abpipettiert und in einem 400 ml Becherglas auf 150 ml mit Wasser aufgefüllt. In diese Lösung taucht man die Meßelektrode (ohne den Rührer zu berühren!). Nun wird potentiometrisch gegen 0.1 N Natronlauge titriert.

#### *Fragen:*

- 1.1) Wie sieht eine Titrationskurve aus ?
- 1.2) Wie sieht jene von Phosphorsäure aus ?
- 1.3) Wieviel g Phosphorsäure waren im Meßkolben ?
- 1.4) Warum wird nicht der absolute pH-Wert gemessen ?

### 2. Quantitative Analyse der Phosphorsäure in Cola

#### *Durchführung*

100 ml Cola werden kurz zum Sieden erhitzt und dann auf Raumtemperatur abgekühlt. Hiervon werden 50 ml abpipettiert, im Erlenmeyerkolben auf 150 ml mit Wasser aufgefüllt und anschließend mit der 0.1 N Natronlauge titriert.

#### *Fragen:*

- 2.1) Wieviel Phosphorsäure ist in 1l Cola ?
- 2.2) Welchen Vorteil haben potentiometrische Titrationen gegenüber Farbindikatoren ?
- 2.3) Warum wurde die Cola zum Sieden erhitzt ?

### 3. Qualitative Analyse Phosphaten in Reinigungs- und Düngemitteln

#### *Durchführung:*

Es werden jeweils ein Reinigungs- und ein Düngemittel untersucht. Hierfür wird eine Spatelspitze (einige Tropfen) des Reinigungsmittels (Düngemittels) in ein Reagenzglas gefüllt, unter dem Abzug vorsichtig

mit 2 ml konzentrierter Salpetersäure versetzt und dann erhitzt. Nach dem Abkühlen wird die Lösung äußerst vorsichtig mit konzentrierter Ammoniaklösung neutralisiert und schließlich alkalisch gemacht. Gegebenenfalls wird filtriert. Das Filtrat oder die entsprechende klare Lösung wird bis zur Trübung mit Ammoniumchloridlg. und Magnesiumchloridlg. versetzt. Der Nachweis ist durch eine positive und eine negative Blindprobe zu verifizieren.

*Fragen:*

- 3.1) Warum wird mit Salpetersäure erhitzt ?
- 3.2) Warum wird mit Ammoniaklg. ein pH-Wert von 8-9 eingestellt ?
- 3.3) Was ist eine Blindprobe; warum führt man sie durch ?
- 3.4) Welche der Proben enthält Phosphat ?
- 3.5) Wie lautet die Reaktionsgleichung der Nachweisreaktion ?

## Versuch 6

### Kationennachweise

#### Chemikalien:

siehe jeweiliger Versuch

#### Geräte:

Reagenzgläser; Reagenzglashalter; Reagenzglasständer; Spatel; Bunsenbrenner

#### 1) Nachweise für Eisen

##### *Versuchsdurchführung:*

a) mit KSCN

Einige Tropfen einer Eisen-(III)-chloridlsg. werden im Reagenzglas mit 2-3 ml Wasser verdünnt und mit konz. Salzsäure angesäuert. Dazu gibt man einige Tropfen KSCN.

b) mit  $K_4[Fe(CN)_6]$

Einige Tropfen einer Eisen-(III)-chloridlsg. werden im Reagenzglas verdünnt und tropfenweise mit einer  $K_4[Fe(CN)_6]$  Lösung versetzt.

c) mit  $K_3[Fe(CN)_6]$

Eine Spatelspitze Ammoniumeisen-(II)-sulfat wird in Wasser gelöst und tropfenweise mit einer  $K_3[Fe(CN)_6]$  Lösung versetzt.

##### *Fragen:*

- 1.1) Welche Beobachtungen konnten gemacht werden ?
- 1.2) Wie lauten die Reaktionsgleichungen ?
- 1.3) Welche Oxidationszahlen hat Fe im  $K_4[Fe(CN)_6]$  bzw.  $K_3[Fe(CN)_6]$ ; worin unterscheiden sich die Reaktionsprodukte der Nachweise b) und c).

#### 2) Nachweis von Nickel

##### *Versuchsdurchführung:*

Einige Körnchen Nickel-(II)-chlorid werden in Wasser gelöst, schwach ammoniakalisch gemacht und anschließend mit einigen Tropfen Dimethylglyoxim-Lösung versetzt.

##### *Fragen:*

- 2.1) Welche Beobachtungen können gemacht werden ?
- 2.2) Wie lautet die Formel für Dimethylglyoxim ?
- 2.3) Wie lautet die Reaktionsgleichung ?

#### 3) Nachweis von Kobalt

##### *Versuchsdurchführung:*

Eine Spatelspitze Borax wird auf ein Uhrglas gegeben. Die Spitze eines Magnesiastäbchens wird in der Flamme geglüht und die heiße Spitze dann in das Borax und anschließend in eine Kobaltchloridlsg. getaucht. Dann wird die Spitze des Magnesiastäbchens erneut in der Flamme geglüht.

*Fragen:*

- 3.1) Welche Beobachtungen können gemacht werden ?
- 3.2) Woher hat Kobalt seinen Namen ?

#### 4) Nachweis von Mangan

*Versuchsdurchführung:*

Etwas Mangan-(II)-chlorid oder Mangan-(II)-sulfat wird auf einer Magnesiarinne mit der dreifachen Menge einer Mischung aus 3-4 Teilen Natriumcarbonat und 1 Teil Kaliumnitrat vorsichtig vermischt. Die Mischung wird in der Flamme geschmolzen (Vorsicht kann spritzen).

*Fragen:*

- 4.1) Welche Beobachtungen können gemacht werden ?
- 4.2) Wie lauten die Reaktionsgleichungen (mit Oxidationszahlen) ?

#### 5) Nachweis von Kupfer

*Versuchsdurchführung:*

Zu einer Kupfersalzlsg. gibt man etwas Ammoniaklsg.. Es bildet sich ein Niederschlag, der sich bei weiterer Zugabe auflöst.

*Fragen:*

- 5.1) Wie sehen die Reaktionsgleichungen aus ?
- 5.2) warum löst sich der Niederschlag wieder auf ?

#### 6. Nachweis von Zinn (Leuchtprobe)

*Versuchsdurchführung:*

Eine Spatelspitze Zinn-(II)-chlorid wird in 2 ml 6N Salzsäure gelöst. In die Lösung taucht man ein mit kaltem Wasser halb gefülltes Reagenzglas, zieht es wieder heraus und hält es in eine Bunsenflamme. Es wird eine blaue Fluoreszenz beobachtet.

*Fragen:*

- 6.1) Warum wird bei einer unbekanntem Substanz, die auf Zinn zu prüfen ist die Substanz zunächst mit einigen Körnchen Zink und 20%iger Salzsäure versetzt, bevor die Leuchtprobe ausgeführt wird ?
- 6.2) Was ist Fluoreszenz?
- 6.3) Was ist Phosphoreszenz?

#### 7. Nachweis von Ammonium

*Versuchsdurchführung:*

Eine Spatelspitze Ammoniumchlorid wird im Reagenzglas mit verd. Natronlauge versetzt. Ein feuchtes Indikatorpapier wird über die Reagenzglasöffnung gehalten.

*Frage:*

- 7.1) Warum verfärbt sich das Indikatorpapier; wie lautet die Reaktionsgleichung ?

## Versuch 7

### Elektrogravimetrie zur Bestimmung von Kupfer

#### Chemikalien:

Kupfersulfatlg. aus Versuch1, konz. Schwefelsäure; Ethanol

#### Geräte:

Elektrolysegerät; Platinelektroden; Becherglas

#### Versuchsdurchführung:

50 ml der Probelösung (s. Versuch 1) werden in einem Becherglas mit Wasser soweit verdünnt, daß die Platinnetzelektrode (vorher wiegen!) bis auf ca. 1 cm in die Lösung eintaucht. Nun werden tropfenweise ca. 2 ml konz. Schwefelsäure zugegeben und die Lösung auf ca. 70 °C erwärmt. Unter leichtem Rühren wird bei 2.2 V elektrolysiert. Sobald die Lösung farblos erscheint (ca. 1h), wird der Wasserspiegel soweit erhöht, das die Elektrode nur noch etwa 0.5 cm aus der Lösung herausragt. Scheidet sich nach weiteren 15 min kein Kupfer mehr ab, so wird die Elektrolyse abgebrochen, ansonsten wird der Wasserspiegel weiter erhöht und weiter elektrolysiert. Nach Beendigung der Elektrolyse wird die Elektrode zunächst mit Wasser, dann mit Ethanol gespült, anschließend bis zur Gewichtskonstanz getrocknet und ausgewogen. Die Reinigung der Elektrode erfolgt mit konz. Salpetersäure. Hinterher wird mit Leitungswasser und schließlich mit dest. Wasser und dann Ethanol gespült. Nach dem Trocknen wird die Elektrode zurückgewogen.

#### Fragen:

- 1.1) Was ist eine galvanische Zelle?
- 1.2) Was versteht man unter Elektrolyse?
- 1.3) Wie lautet die Nernstsche Gleichung?
- 1.4) Was ist die elektrochemische Spannungsreihe?
- 1.5) Wieviel Kupfer enthielt die Probelösung ?
- 1.6) Wieviel Kristallwasser enthält das dargestellte Kupfersulfat?
- 1.7) Wie verhält sich dieser Wert zu dem durch Kolorimetrie ermittelten ?
- 1.8) Wie lautet die Reaktionsgleichung für das Auflösen des Kupfers in konz. Salpetersäure ?
- 1.9) Warum läßt sich das Kupfer nicht in konz. Salzsäure auflösen ?

## Versuch 8

### Bestimmung der Wasserhärte

Literatur : Jander/Jahr „Maßanalyse“ \_

#### Fragen:

- 0.1) Was ist die Wasserhärte; wie entsteht sie?
- 0.2) Welche Unterschiede gibt es; was ist ein Härtegrad?
- 0.3) Welche Möglichkeiten zur Wasserenthärtung gibt es?
- 0.4) Was sind Indikatoren?
- 0.5) Was ist ein Puffersystem?
- 0.6) Was sind Chelatkomplexe?

#### Chemikalien:

0.02 N Salzsäure; 0.01 M Titriplex-III-Lsg.; Indikatorpuffertabletten; konz. Ammoniaklsg.

#### Geräte:

1 Bürette; Magnetrührer; 2 x 600 ml Bechergläser; 2 Erlenmeyerkolben; eine 50 ml Vollpipette

### 1. Bestimmung der Carbonathärte

#### *Versuchsdurchführung:*

100 ml der Wasserprobe werden mit 3 Tropfen Tashirolsg. versetzt und mit 0.02 N Salzsäure titriert.

#### *Fragen:*

- 1.1) Wie lautet die Reaktionsgleichung?
- 1.2) Wie hart ist das Wasser?

### 2. Bestimmung der Gesamthärte

#### *Versuchsdurchführung:*

Zu 50 ml der Wasserprobe werden eine Indikatorpuffertablette und 1-2 ml konz. Ammoniak gegeben. Es wird mit 0.01 N Titriplex-III-Lösung (EDTA) titriert, der Äquivalenzpunkt ist erreicht, wenn die rote Farbe über grau nach grün umschlägt. Es muß eine zweite Indikatorpuffertablette zugesetzt werden, wenn die rote Farbe gar nicht auftritt oder gleich wieder verschwindet. 1 mol Titriplex entspricht 1 mol Calcium.

#### *Fragen:*

- 2.1) Wie hart ist das Wasser?
- 2.2) Warum wird Ammoniak zugesetzt?
- 2.3) Was bedeutet EDTA, wie sieht es aus und welche Reaktion läuft ab?
- 2.3) Unterscheiden sich die Carbonathärte und Gesamthärte; wenn ja, warum?
- 2.4) Was ist der chemische Unterschied zwischen den beiden Bestimmungsmethoden?

## Versuch 9

### Darstellung von Kupferverbindungen

#### Chemikalien:

Kupfersulfatpentahydrat; Natriumchlorid; Salzsäure; Kupferpulver; Schwefeldioxid-haltiges Wasser; iso-Propanol; Natronlauge; Eisenspäne; rotes Blutlaugensalz

#### Geräte:

2 Bechergläser; Reagenzglas; ein zugeschmolzenes Präparateglas; Bunsenbrenner; Büchnertrichter; Filterpapier; Wasserstrahlpumpe

#### 1. Darstellung von Kupfer-(I)-chlorid

##### *Versuchsdurchführung:*

5g blaues Kupfersulfat und 2.5 g Natriumchlorid werden in einem Becherglas mit 15 ml einer 6 N Salzsäure und ca. 2g Kupferpulver im Wasserbad erhitzt, bis die dunkle Farbe verschwunden ist. Es bildet sich ein Chlorokomplex des Kupfer-(I), der als Natriumsalz in Lösung bleibt. Die klare Lösung wird vom Kupfer dekantiert und in ca. 100 ml SO<sub>2</sub>-haltiges Wasser eingegossen. Es fällt weißes Kupfer-(I)-chlorid aus. Der Niederschlag wird durch Dekantieren von SO<sub>2</sub>-haltigem Wasser gewaschen, abgesaugt und mit iso-Propanol gewaschen. Er wird in einem luftdicht geschlossenen Präparateglas aufbewahrt.

##### *Fragen:*

- 1.1) Wieviel mol blaues Kupfersulfat, Natriumchlorid und Kupfer wurden eingesetzt ?
- 1.2) Wie lautet die Reaktionsgleichung ?
- 1.3) Warum fällt das Kupferchlorid in SO<sub>2</sub>-Wasser aus ?
- 1.4) Warum sollte das Produkt in einem luftdicht geschlossenen Glas und nicht in einem offenen aufbewahrt werden?

#### 2. Darstellung von Kupfer-(II)-oxid

##### *Versuchsdurchführung:*

In einem Reagenzglas wird etwas Kupfer-(II)-sulfatlösung mit Natronlauge versetzt. Es bildet sich ein blauer Niederschlag, der sich beim Erhitzen schwarz verfärbt.

##### *Fragen:*

- 2.1) Wie lauten die Reaktionsgleichungen ?

#### 3. Reaktion mit Eisen

##### *Versuchsdurchführung:*

In eine verdünnte Kupfer-(II)-sulfatlösung werden ein paar Eisenspäne gegeben. Die entfärbte Lösung wird abdekantiert und in ihr werden Eisen-(II)-ionen durch Zusatz von rotem Blutlaugensalz nachgewiesen.

##### *Fragen:*

- 3.1) Wie lauten die Reaktionsgleichungen ?
- 3.2) Wie lauten die korrekten Namen für gelbes und rotes Blutlaugensalz ?
- 3.3) Was passiert beim "Rosten" ?

# Anorganisches Praktikum für Studenten der Verfahrenstechnik

## Testatbogen

Name:.....

Matrikelnummer:..... Gruppennummer:.....

Versuch

Durchführung

Protokoll

1

.....

.....

2

.....

.....

3

.....

.....

4

.....

.....

5

.....

.....

6

.....

.....

7

.....

.....

8

.....

.....

9

.....

.....

Praktikumsschein erhalten:

.....

(Datum)

.....

(Unterschrift)

## Semesterkurs:

Gruppe	1.Tag	2.Tag	3.Tag	4.Tag	5.Tag	6.Tag	7.Tag	8.Tag	9.Tag
1	V1	V2	V3	V4	V5	V6	V7	V8	V9
2	V1	V3	V4	V5	V6	V7	V8	V9	V2
3	V1	V4	V5	V6	V7	V8	V9	V2	V3
4	V1	V5	V6	V7	V8	V9	V2	V3	V4
5	V1	V6	V7	V8	V9	V2	V3	V4	V5
6	V1	V7	V8	V9	V2	V3	V4	V5	V6
7	V1	V8	V9	V2	V3	V4	V5	V6	V7
8	V1	V9	V2	V3	V4	V5	V6	V7	V8
9	V1	V2	V3	V4	V5	V6	V7	V8	V9
10	V1	V3	V4	V5	V6	V7	V8	V9	V2

## Ferienkurse:

Gruppe	1.Tag v	1.Tag n	2.Tag v	2.Tag n	3.Tag v	3.Tag n	4.Tag v	4.Tag n	5.Tag v
1	V1	V2	V3	V4	V5	V6	V7	V8	V9
2	V1	V3	V4	V5	V6	V7	V8	V9	V2
3	V1	V4	V5	V6	V7	V8	V9	V2	V3
4	V1	V5	V6	V7	V8	V9	V2	V3	V4
5	V1	V6	V7	V8	V9	V2	V3	V4	V5
6	V1	V7	V8	V9	V2	V3	V4	V5	V6
7	V1	V8	V9	V2	V3	V4	V5	V6	V7
8	V1	V9	V2	V3	V4	V5	V6	V7	V8
9	V1	V2	V3	V4	V5	V6	V7	V8	V9
10	V1	V3	V4	V5	V6	V7	V8	V9	V2