

VORPROTOKOLL - Anorganisch-chemisches Praktikum 2019

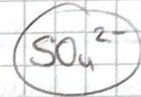
Bitte faden
oder einheften

ANALYSE T

Sidenote: bei uns hieß es in der Vorbesprechung, auch die J-B-Übungen müssten alle ins VP übertragen werden. Nun ist es aber so, dass die Ergebnisse dieser Übungen nicht bewertet werden und es damit keinen Unterschied macht, ob ihr die durchführt oder nicht. Wenn sie nicht im VP stehen, dürft ihr sie nicht durchführen. Ist aber kein Problem, denn wenn ihr überhaupt was übt, sind das die Nachweise am ersten Tag. Und die stehen eh schon im VP. Ich hab daher schnell aufgehört, die Übungen zu kopieren. Hat mich auch keine Punkte gekostet :D

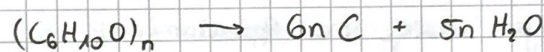
Übungen

Schwefelsäure und Sulfate (Versuche 1-3, J-B S. 150f)



1. Wasserentziehende Wirkung von konz. H_2SO_4

Man werfe einen Holzspan in konz. H_2SO_4 . Er schwärzt sich allmählich, schneller bei gelindem Erwärmen. Die Cellulose wird zersetzt, (entfaltet):



2. Verhalten von H_2SO_4 gegenüber Zn

a) Verd. H_2SO_4

In einem Reagenzglas übergieße man technisches Zink mit verd. H_2SO_4 .

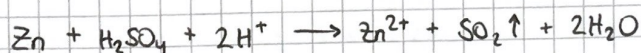
Es entsteht H_2 , nachweisbar durch Anzünden. Vorsicht: H_2/O_2 -Gemisch Knallgas!



b) Konz. H_2SO_4

Techn. Zink wird mit konz. H_2SO_4 übergossen. Es tritt keine Rkt. ein, denn konz.

H_2SO_4 enthält praktisch keine H^+ -Ionen. Erst bei Erwärmung bis zur Gasentwicklung entsteht SO_2 (erkennbar am Geruch) und Schwefel.



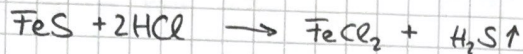
3. Nachweis als BaSO_4

Siehe Vorprotokoll
Analyse

Schwefelwasserstoff und Sulfide (Versuche 1 und 4, J-B 146f.)

1. Darstellung von Schwefelwasserstoff

H_2S kann gewonnen werden durch Reaktion von Eisensulfid mit HCl :

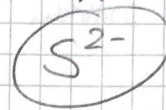


- H_2S ist ein sehr giftiges, farbloses, sehr leicht entzündliches Gas, es bildet mit Luft ein entzündliches Gemisch. Schwere als Luft. In best. Konz. Geruch nach faulen Eiern.

Vernichtung: Einleiten in $KMnO_4$ -Lösung oder $NaOCl$ -Lsg, verbrennen zu SO_2 .

4. Nachweis von H_2S als PbS

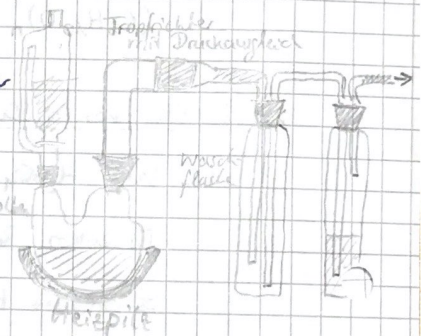
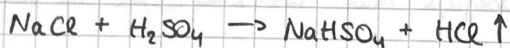
Siehe Nachweise.



Salzsäure und Chloride (Versuche 3, 4, J-B 164)

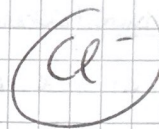
3. Darstellung von Chlorwasserstoff

HCl kann in größeren Mengen mithilfe einer Apparatur dargestellt werden. Man füllt diese mit $NaCl$ und lässt unter Erwärmen konz. H_2SO_4 zutropfen. Es entsteht u.a. leicht flüchtige Salzsäure.



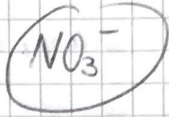
4. Nachweis als $AgCl$

Siehe Nachweise.



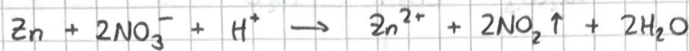
Übungen - Analyse Ia

Salpetersäure und Nitrate (Versuche 2-4, J-B 133-135)

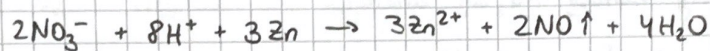


2. Zink mit HNO₃ unterschiedl. Konzentration

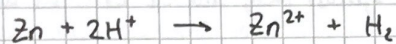
a) Zink gibt mit konz. HNO₃ **braune** Dämpfe von NO₂:



b) Zink mit einer Mischung von konz. HNO₃ und 2 Teilen Wasser entwickelt fast farblose Dämpfe von NO, die an der Luft braun werden:

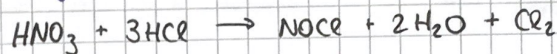


c) Versetzt man Zink mit verd. HNO₃, so entsteht Wasserstoff.



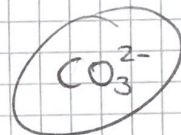
Diese Reaktionen funktionieren nur mit unedlen Metallen. Edle Metalle können von Protonen nicht oxidiert werden.

Um auch edle Metalle lösen zu können, fügt man zu 1 Teil konz. Salpetersäure 3 Teile konz. Salzsäure hinzu („Königswasser“). Es entstehen langsam Chlor und Nitrosylchlorid.



3, 4. Siehe Nachweise.

Kohlenmonoxid, Kohlendioxid, Kohlensäure und Carbonate (V. 2-3, J-B 112f.)



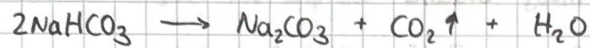
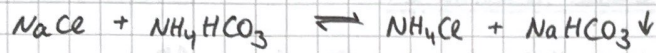
2. Darstellung von Natriumcarbonat

Man bereitet zunächst eine gesättigte Kohlsäure in einem Becherglas, indem man 30 g feinst gepulvertes NaCl in 100 ml Wasser löst. Fügt dann zur kalten Lsg. 44 ml einer 25%igen Ammoniumlsg. hinzu ($\rho = 0,970$). Leite dann aus Kipp oder Stahlflasche durch eine mit Wasser gefüllte Waschflasche CO₂ in die Lsg., reguliere Stromstärke so, dass möglichst alles Gas absorbiert wird. Kühlen der Lsg. am besten mit Eiswasser.

Nach einiger Zeit scheidet sich Hydrogencarbonat in feinen Kriställchen ab.

Es wird mithilfe einer Glasfällernutsche abgesaugt und mit möglichst wenig

Eiswasser dreimal gewaschen. Erhitze dann in einem großen Porzellantiegel
so lange, (etwa 300°C) und ~~l~~ rühre mit Glasstab öfter um, bis kein
 CO_2 mehr entweicht. Nach dem Abkühlen: Wiege und bestimme die Ausbeute:



Aus 1 mol NaCl bildet sich theoretisch $\frac{1}{2}$ mol Na_2CO_3 , aus 36g müsste 33g entstehen.

Allerdings bleibt ein Teil NaHCO_3 in Lsg. (etwa 8g $\text{NaHCO}_3 \hat{=} 5\text{g Na}_2\text{CO}_3$), daher kann
man höchstens 28g ~~NaHCO₃~~ Na_2CO_3 erwarten.

Prüfe außerdem das Salz auf Cl⁻. Entsteht mehr als eine Färbung, so muss es
umkristallisiert werden. Dazu löst man in möglichst wenig siedend heißem Wasser, lässt
abkühlen und rührt wieder ab. Dabei kristallisiert aber nicht wasserfreies Natriumcarbo-
nat, sondern Kristallsoda, $\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$, aus.

ANALYSE Ia - Anionenanalyse

Ionen: SO_4^{2-} , Cl^- , NO_3^- , CO_3^{2-} , PO_4^{3-} , S^{2-}

Vorproben

Verd. H_2SO_4 wirkt sauer

Konz. H_2SO_4 wirkt stark sauer, aber auch oxidierend

IM ABZUG DURCHFÜHREN:

Verhalten gegenüber H_2SO_4 (verdünnt)

- $\text{CO}_3^{2-} + 2\text{H}^+ \rightarrow \text{CO}_2(\text{g}) \uparrow + \text{H}_2\text{O}$
- $\text{S}^{2-} + 2\text{H}^+ \rightarrow \text{H}_2\text{S}(\text{g})$
- $\text{NO}_2^- + 2\text{H}^+ \rightarrow \text{NO} \uparrow + \text{H}_2\text{O}$
- $\text{SO}_3^{2-} + 2\text{H}^+ \rightarrow \text{SO}_2 \uparrow + \text{H}_2\text{O}$
- $\text{S}_2\text{O}_3^{2-} + 2\text{H}^+ \rightarrow \text{SO}_2 \uparrow + \text{S} + \text{H}_2\text{O}$

Verhalten gegenüber konz. H_2SO_4

- $2\text{Cl}^- + 2\text{H}^+ \rightarrow 2\text{HCl} \uparrow$ farblose saure Dämpfe
- $2\text{Br}^- + 2\text{H}^+ + \text{H}_2\text{SO}_4 \rightarrow \text{Br}_2 \uparrow + \text{SO}_2 \uparrow + 2\text{H}_2\text{O}$ rotbraune Dämpfe
- $2\text{I}^- + 8\text{H}^+ + \text{H}_2\text{SO}_4 \rightarrow \text{I}_2 \uparrow + \text{H}_2\text{S} \uparrow + 4\text{H}_2\text{O}$ violette Dämpfe
- $2\text{NO}_3^- + 2\text{H}^+ \rightarrow \text{H}_2\text{O} + \text{N}_2\text{O}_5$
 $\text{N}_2\text{O}_5 \rightarrow 2\text{NO}_2 \uparrow + \frac{1}{2}\text{O}_2$ braune Dämpfe

Sodauszug

Für Anionen, deren Nachweise durch Metallkationen gestört werden.

1. Spatelspitze (ca. 0.1g) Analysesubstanz werden mit der dreifachen Menge an wasserfreiem Na_2CO_3 in 10-20ml Wasser aufgeschlämmt und ca. 15 Minuten zum Sieden erhitzt.

Nach dem Erkalten der Lösung zentrifugiert man etw. schwerlösliche Bestandteile ab.

Das Zentrifugat wird mit der für den folgenden Nachweis entsprechenden Säure angesäuert, Kontrolle mit pH-Papier.

Achtung: Siedeverzüge ^{→ nicht parallel auf, zillpfeifen} bei alkalischen Lösungen → mit Glasstab rühren

Achtung: Beim Ansäuern stark schäumend! Zuerst mit verd. Säure!

Durch den Überschuss an Na_2CO_3 werden schwerlösliche Verbindungen soweit gelöst, dass die entsprechenden Anionen freigesetzt und nachgewiesen werden können!

NACHWEISE

Carbonat (CO_3^{2-}) als BaCO_3

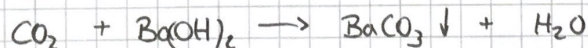
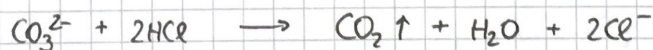
Etwa 10mg (Mikrospatelspitze) der Ursubstanz, KEIN Sodauszug!, in ein kleines Reagenzglas geben und mit ca. 10 Tropfen verd. HCl versetzen.

Sofort ein mit frisch bereiteter, klarer $\text{Ba}(\text{OH})_2$ -Lösung gefülltes

Grählöhrchen aufsetzen.

Das Reagenzglas dann im Wasserbad erwärmen - das gebildete CO_2 wird in das Grählöhrchen getrieben.

Die Bildung einer weißen Trübung innerhalb von 5min zeigt CO_2 an.



Achtung: Keine Säure ins Grählöhrchen!

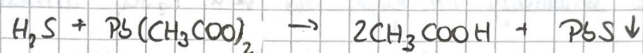
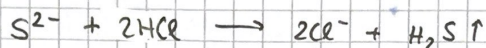
Sulfid (S^{2-}) als PbS

Ein mit frisch bereiteter, klarer $Pb(CH_3CO_2)_2$ -Lösung getränktes Filterpapier in ein Gärrohrchen einlegen.

ca. 10mg (Mikrospatelspitze) der Ursubstanz, KEIN Sodauszug!, in ein kleines Reagenzglas geben und mit ca. 1ml verd. HCl versehen. Geruch von H_2S : faule Eier.

⇒ gleich nach dem Zutropfen von HCl das Gärrohrchen aufsetzen. Dann das Rggl. im Wasser erwärmen. Das gedrückte H_2S wird in das Gärrohrchen gedrückt.

Die Bildung von schwarzem PbS zeigt H_2S (S^{2-}) an.



Achtung: H_2S stinkt und ist giftig! Abzug!

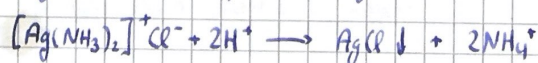
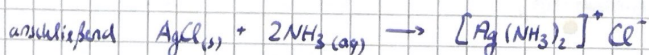
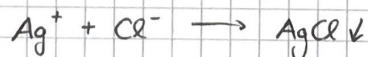
Alle RESTLICHEN ANIONENNACHWEISE AUS SODAAUSZUG!

Chlorid (Cl^-) aus $AgCl$

1-2ml des Sodauszugs zunächst mit einigen Tropfen verd. HNO_3 , dann mit einigen Tropfen konz. HNO_3 ansäuern. (wegen Schaum)

Nach Zugabe von einigen Tropfen $AgNO_3$ -Lösung weist ein weißer, „käseiger“ Niederschlag auf Cl^- hin.

Ausfällen des Niederschlags durch Behandeln mit NH_3 -Lsg. und Ansäuern mit HNO_3 .



Achtung: $[Ag(NH_3)_2]^+$ muss angesäuert werden, explosionsgefährl!

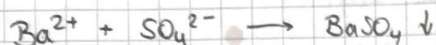
Notiz: Anwesenheit von S^{2-} ? Schwarzer Niederschlag? Anjsw. Lsg. zunächst im Abzug köcheln lassen!

Sulfat (SO_4^{2-}) als BaSO_4

1-2 ml des Sodauszugs mit verd. HCl neutralisieren.

Dann tropfenweise konz. HCl hinzugeben, bis der pH-Wert der Lsg. ca. 1-2 betr.

Nach Zugabe von einigen Tropfen frisch bereiteter $0.5 \frac{\text{mol}}{\text{l}}$ BaCl_2 -Lösung bildet sich ein weißer, feinkristalliner Niederschlag von BaSO_4 . (nicht lösbar mit Säuren)



Notiz: zu konzentrierte Lösungen weisen Konzentrationsniederschläge auf!

\Rightarrow tropfenweise BaCl_2 hinzugeben, kein konz. HCl!

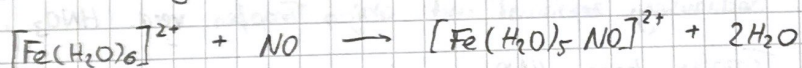
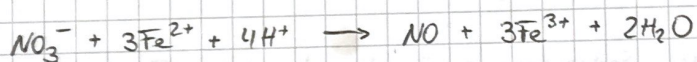
Nitrat (NO_3^-) als mit FeSO_4 - „Ringprobe“

1-2 ml des Sodauszugs im Rggl. mit verd. H_2SO_4 ansäuern.

Ca. 1 ml einer kalt gesättigten, mit 1 Tropfen verd. H_2SO_4 angesäuerten FeSO_4 -Lösung hinzugeben.

Diese Mischung vorsichtig mit 1 ml konz. H_2SO_4 unterschichten (Säure an der Innenwand des schräg gehaltenen Rggl. hinunterfließen lassen).

An der Phasengrenze bildet sich dann ein brauner Ring.



Notiz: mögliche Störung durch Ox. von Br^- oder I^- .

\Rightarrow vorher mit kalter gesättigter Ag_2SO_4 -Lsg. fällen lassen

Phosphat $(\text{PO}_4)^{3-}$ als $\text{Zr}_3(\text{PO}_4)_4$

1-2 ml des Sodaauszugs mit verd. HCl neutralisieren.

Tropfenweise konz. HCl hinzugeben, bis der pH-Wert der Lsg. ca. 1-2 beträgt.

Nach Zugabe von einigen Tropfen einer ZrOCl_2 -Lösung bildet sich ein weißer, flockiger Niederschlag von $\text{Zr}_3(\text{PO}_4)_4$.



Notiz: In verd. Lsg. entsteht der Niederschlag erst beim Erhitzen!

ANALYSE I B - Lösliche Gruppe und Ammoniumcarbonatgruppe

Kationen: NH_4^+ , Na^+ , K^+ , Mg^{2+} , Ca^{2+} , Sr^{2+} und Ba^{2+}

Vorproben

- Ca^{2+} , Sr^{2+} und Ba^{2+} bilden schwerlösliche Carbonate, MCO_3 .
- Na^+ , K^+ , Mg^{2+} tun dies nicht.
- Ba^{2+} bildet schwerlösliches gelbes Chromat, BaCrO_4 .
- Sr^{2+} und Ca^{2+} tun dies nicht in neutraler/leicht saurer Umg.

Separation der Gruppen

- Probe in HCl lösen und einengen
- mit NH_3 -Lsg. versetzen bis schwach alkalisch
- $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$ zugeben und kochen
- zentrifugieren

⇒ Schwerlösliche Carbonate fällen aus (Ammoniumcarbonatgruppe)

⇒ Lösliche Gruppe bleibt gelöst in Reagenz

Nachweise - Lösliche Gruppe

Ammonium - NH_4^+

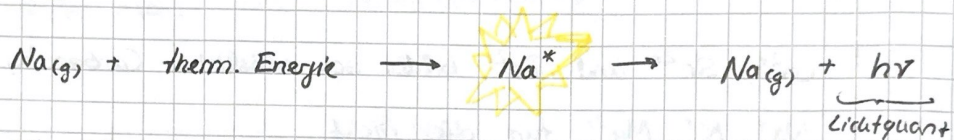
Ammonium reagiert mit Basen: $\text{NH}_4^+ + \text{OH}^- \rightleftharpoons \text{NH}_3 + \text{H}_2\text{O}$

- 5-10 mg gemörsernte Probe mit 5 Tropfen NaOH-Lösung in Reagenzglas
- Geruch: Anwesenheit von NH_4 -Salzen
- Angefeuchtetes Universalindikatorpapier wird von NH_3 blau gefärbt.
- NH_3 -Gas bildet weißen Nebel, wenn es an einem Tropfen konz. HCl an einem Glasstab vorbeiströmt:



Alkalimetalle - K^+ und Na^+ (sowie Li^+ , Rb^+ , Cs^+)

Spektroanalytischer Nachweis:



$$\Delta E = E' - E^0 = h\nu; \quad \lambda = \frac{c}{\nu} = 589,0 \text{ nm sowie } 589,6 \text{ nm für Na}$$

angeregter Zustand, Grundzustand

Natrium: **gelbe** Linie

Kalium: **zwei rote** und eine **tiefblaue**

Spektralanalyse:

- 3 Tropfen einer Probelösung mit 2 Tropfen HCl ansäuern
- 2-3 mg einer festen Probe mit 2 Tropfen HCl anfeuchten

Ein sauberes, ausgeglühtes Magnesiastäbchen oder Platindräht wird in die Probe getaucht und in die weiße Zone der Brennerflamme gebracht.

Der Spalt des Spektroskops soll nah (aber nicht zu nah) an dieser Zone sein.

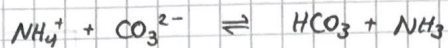
Im Spektroskop erscheint das Linienspektrum des Ions / der Ionen.

Den Brenner nicht mit der Probesubstanz verunreinigen.

Magnesium - Mg^{2+}

Fälle aus der Probe $CaCO_3$, $SrCO_3$, $BaCO_3$ mit $(NH_4)_2CO_3$ aus.

Grund: CO_3^{2-} ($pK_B = 3,68$) verschiebt das GG (s.u.) nach rechts. Damit reicht die Konz., um $CaCO_3$, $SrCO_3$ und $BaCO_3$ auszufällen:



Damit gehört Mg^{2+} zur löslichen Gruppe.

Nachweis mit p -Nitrobenzolato- α -naphthol („Magneson“)

Entferne Schwermetall- und Erdalkalitionen, s.o.

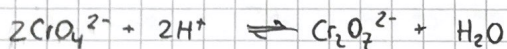
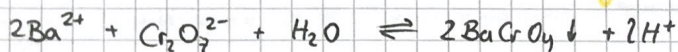
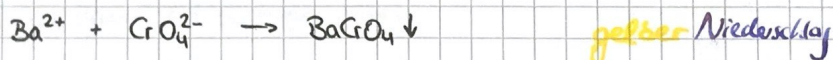
Versetze auf einer Tropfplatte einige Tropfen der (stark alkalischen) Probelösung mit 2 Tropfen Magneson-Lösung.

Mit Mg^{2+} bildet sich eine Blaufärbung oder ein blauer Niederschlag.

Notiz: Andere Kationen stören! Blindprobe wichtig!

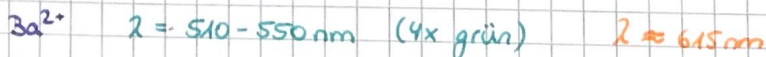
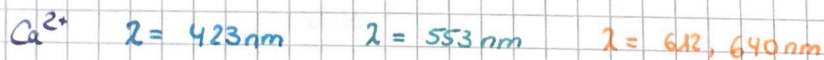
Nachweise - Ammoniumcarbonat-Gruppe

Nachweis von Barium (Ba^{2+})



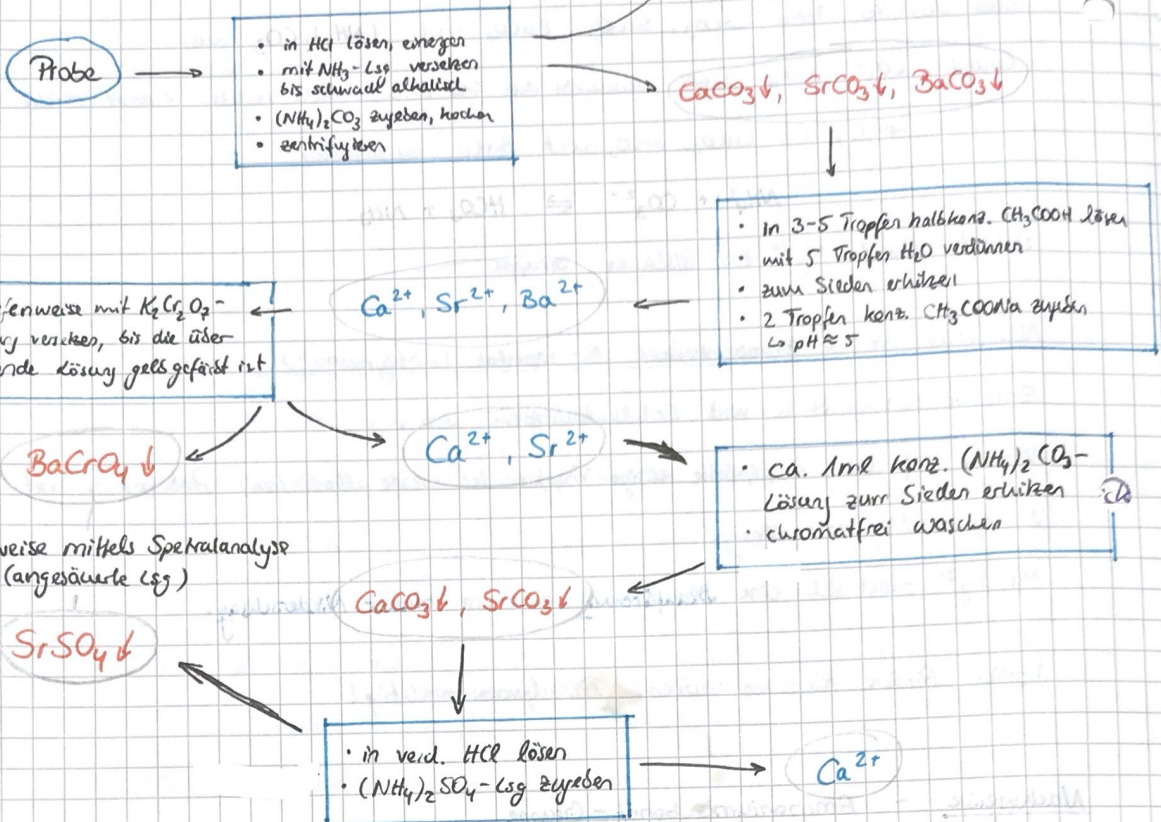
Die beiden letzten GG zeigen, dass $BaCrO_4$ nur in (starken) Säuren löslich ist.

Spektralanalytische Nachweise



Trennungsgang - Ammoniumcarbonatgruppe

Lösliche Gruppe



Nachweise mittels Spektralanalyse (angesäuerte Lsg)

Analyse I - Verwendete Chemikalien mit Signalwort, H&P, Entsorgung

H: Hazard (Gefahr)

P: Precautionary (Vorsichtsmaßnahmen)

Na_2CO_3 - Natriumcarbonat „Soda“: Achtung

H319 Verursacht schwere Augenreizung

P260 Staub/Rauch/Gas/Nebel/Dampf/Aerosol nicht einatmen

P305 + P351 + P338 Bei Augenkontakt: Einige Minuten behutsam mit Wasser ausspülen. Kontaktlinsen nach Möglichkeit entfernen. Weiter ausspülen.

Entsorgung: Lösungen neutralisiert und gut verdünnt in den Abfluss

HNO_3 - Salpetersäure: Gefahr

konz. 70%: H272 Kann Brand verstärken; Oxidationsmittel

H290 Kann gegenüber Metallen korrosiv sein

H314 Verursacht schwere Verätzungen der Haut und schwere Augenschäden

H331 Giftig bei Einatmen

P210 Von Hitze, heißen Oberflächen, Funken, offenen Flammen und anderen Zündquellen fernhalten. Nicht rauchen.

P220 Von Kleidung und anderen brennbaren Materialien fernhalten

P280 Schutzhandschuhe/Schutzkleidung/Augenschutz/Gesichtsschutz tragen

P303 + P361 + P353 Bei Berührung mit der Haut (oder dem Haar): Alle kontaminierten Kleidungsstücke sofort ausziehen. Haut mit Wasser abwaschen.

P304 + P340 + P310 Bei Einatmen: Die Person an die frische Luft bringen und für ungehinderte Atmung sorgen. Sofort Giftinformationszentrum/Arzt anrufen.

P305 + P351 + P338 + P310 Bei Augenkontakt: Einige Minuten lang gründlich mit Wasser spülen. Evtl. versch. Kontaktlinsen nach Mögl. entfernen. Weiter spülen. Sofort Giftinformationszentrum/Arzt anrufen.

P370 + P378 Bei Brand: Trockensand, Löschpulver oder alkoholbeständiger Schaum zum Löschen verwenden.

P403 + P233 An einem gut belüfteten Ort aufbewahren

Entsorgung: Zuerst sorgf. neutralisieren, danach mit Wasser gut verd. in den Abfluss

verd. 12%: H und P wie konz.

Entsorgung: mit Wasser gut verd. in den Abfluss

AgNO_3 -Lsg. - Silbernitratlösung: Achtung

H315 Verursacht Hautreizungen

H319 Verursacht schwere Augenreizung

H410 Sehr giftig für Wasserorganismen mit langfristiger Wirkung

P273 Freisetzung in die Umwelt vermeiden.

P305 + P351 + P338 Bei Kontakt mit den Augen: einige Minuten lang behutsam mit Wasser ausspülen. Evtl. vorhandene Kontaktlinsen nach Mögl. entfernen. Weiter spülen.

P501 Inhalt/Behälter einer anerkannten Abfallentsorgungsanlage zuführen.

Entsorgung: angesäuert in Schwermetallekanister

AgCl - Silberchlorid: Achtung

H410 Sehr giftig für Wasserorganismen mit langfristiger Wirkung

P273 Freisetzung in Umwelt vermeiden

P501 Inhalt/Behälter einer anerkannten Abfallentsorgungsanlage zuführen

Entsorgung: angesäuert u. Schwermetallekanister

NH_3 - Ammoniak: **Gefahr** (verdünnt / konz.)

- H221 Entzündbares Gas
 - H280 Enthält Gas unter Druck. Kann bei Erwärmung explodieren
 - H314 Verursacht schwere Verätzungen der Haut und schwere Augenschäden
 - H331 Giftig bei Einatmen
 - H410 Sehr giftig für Wasserorganismen mit langfristiger Wirkung
 - P210 Von Hitze, heißen Oberflächen, Funken, offenen Flammen und anderen Zündquellen fernhalten. Nicht rauchen
 - P280 Schutzhandschuhe / Schutzkleidung / Augenschutz / Gesichtsschutz tragen
 - P304 + P340 + P240 Bei Einatmen: Die Person an die frische Luft bringen und für ungehinderte Atmung sorgen. Sofort Giftinformationszentrum / Arzt anrufen.
 - P305 + P351 + P338 Bei Kontakt mit den Augen: Einige Minuten lang behutsam mit Wasser ausspülen. Bitt. vorh. Kontaktlinsen nach Mögl. entf. Weiter spülen.
 - P277 Brand von austretendem Gas: Nicht löschen, bis Unmöglichkeit gefahrlos beseitigt werden kann.
 - P403 In einem gut belüfteten Ort aufbewahren.
- Entsorgung:

HCl - Salzsäure: **Gefahr** (verdünnt / konz.)

- H290 Kann gegenüber Metallen korrosiv sein
 - H314 Verursacht schwere Verätzungen der Haut und schwere Augenschäden
 - H335 Kann die Atemwege reizen
 - P260 Staub / Rauch / Gas / Nebel / Dampf / Aerosol nicht einatmen
 - P280 Schutzhandschuhe / Schutzkleidung / Augenschutz / Gesichtsschutz tragen
 - P302 + P361 + P353 Bei Berührung mit der Haut (oder Haar): Alle kontaminierten Kleidungsstücke ausziehen. Haut mit Wasser abwaschen / duschen
 - P304 + P340 + P340 Bei Einatmen: Die Person an die frische Luft bringen und für ungeh. Atmung sorgen. Sofort Giftinformationszentrum / Arzt anrufen.
 - P305 + P351 + P338 Bei Augenkontakt: Einige min. behutsam mit Wasser spülen. Bitt. vorh. Kontaktl. nach Mögl. entf. Weiter spülen.
- Entsorgung: Gut ~~verdünnen~~ neutralisiert, dann mit H_2O verdünnt in Abfluss

BaCl_2 - Bariumchlorid: **Gefahr**

- H301 Giftig bei Verschlucken
 - H319 Verursacht schwere Augenreizung
 - H332 Gesundheitsschädlich bei Einatmen
 - P264 Einatmen von Staub / Rauch / Gas / Nebel / Dampf / Aerosol vermeiden
 - P301 + P330 + P331 + P303 Bei Verschlucken: Mund ausspülen. Kein Erbrechen herbeiführen. Giftinformationszentrum / Arzt anrufen.
 - P305 + P351 + P338 Bei Augenkontakt: Einige Min. behutsam mit Wasser spülen. Kontaktlinsen entfernen. Weiter spülen.
- Entsorgung: in Feststoffkanister

BaSO_4 - Bariumsulfat: **keine Gefahr**

Entsorgung: Feststoffkanister

H_2SO_4 - Schwefelsäure: **Gefahr** (konz., verd. ohne X)

- X H290 Kann gegenüber Metallen korrosiv sein
 - H314 Verursacht schwere Verätzungen der Haut und Augenschäden
 - X P260 Staub / Rauch / Gas / Nebel / Dampf / Aerosol nicht einatmen
 - X P280 Schutzhandschuhe / Schutzkleidung / Augenschutz / Gesichtsschutz tragen
 - X P302 + P361 + P353 Bei Berührung mit der Haut (Haar): Alle kontaminierten Kleidungsstücke sofort ausziehen. Haut mit Wasser abwaschen / duschen
 - X P304 + P340 + P340 Bei Einatmen: Person an frische Luft bringen und für ungeh. Atmung sorgen. Giftinformationszentrum / Arzt anrufen
 - P305 + P351 + P338 Augenkontakt: Einige Min. lang behutsam mit H_2O ausspülen. Kontaktlinsen entfernen. Weiter spülen.
- Entsorgung: sorgfältig neutralisieren, dann gut verdünnt in Abfluss
- P310 sofort Giftinformationszentrum anrufen

ACHTUNG: H- und P-Sätze NICHT WIE HIER ABKÜRZEN!!!
Meine Kommilitonen und mich hat das Punkte gekostet und wir mussten am ersten Praktikumstag während der Laborzeit die ganzen Sätze nochmal ausschreiben.

Ab hier: H- und P-Sätze im Anhang

FeSO_4 -Lsg. - Eisen(II)sulfatlösung: **Achtung** richtige Version steht weiter unten!

H302, H315, H319

P305 + P351 + P338

Entsorgung: Sammelbehälter für Schwermetallsalze

Ba(OH)_2 -Lsg. - Bariumhydroxidlösung: **Gefahr**

H314, H332

P280, P305 + P351 + P338, P310

Entsorgung: mit HCl neutralisieren, gut ~~neutralisieren~~ giftige Schwermetallsalze

$(\text{NH}_4)_2\text{MgPO}_4$ - Ammoniummagnesiumphosphat: **Achtung**

H315, H319, H335

P261, P302 + P352, P305 + P351 + P338, P321, P405, P501

Entsorgung: saure Metalllösungen

CO_2 - Kohlenstoffdioxid: **Achtung**

H280

P410 + P403

NH_4Cl - Ammoniumchlorid: **Gefahr**

H315, H318, H400

P273, P280, P305 + P351 + P338

Entsorgung: ~~saure Metalle~~ anorg. Feststoffe

MgCl_2 - Magnesiumchlorid **keine Gefahr**

Entsorgung: ~~Ausguss~~ **ABER** nach Phosphornachweis in saure Schwermetalllösungen
bez. in Feststoffkanister

$\text{PS}(\text{H}_3\text{COO})_2$ -Lsg. **Gefahr**

H302, H373, H410

P201, P273, P308 + P313, P501

Entsorgung: saure Schwermetalllösungen

PbS - Blei(II)-Sulfid **Gefahr**

H302, H332, H360Df, H373, H410

P201, P273, P308 + P313, P501

Entsorgung: angesäuert in Schwermetallkanister

H_2S - Schwefelwasserstoff: Gefahr

H314, H412

P273, P280, P305 + P351 + P338, P301

Entsorgung: neutralisieren, dann gut verdünnt in Abfluss

$NaOH$ - Natriumhydroxid: Gefahr

H290, H314

P280, P305 + P351 + P338, P310

Entsorgung: gut neutralisieren, dann verdünnt in Abfluss

$CaCO_3$ - Calciumcarbonat: keine Gefahr

Entsorgung: Abfluss, ansonsten Feststoffkristalle

$SrCO_3$ - Strontiumcarbonat: keine Gefahr

Entsorgung: Abfluss, ansonsten Feststoffkristalle

$BaCO_3$ - Bariumcarbonat: Achtung

H302

Entsorgung: saure Schwermetallabfälle

$(NH_4)_2CO_3$ - Ammoniumcarbonat: Achtung

H302

P301 + P312

Entsorgung: Abfluss

CH_3COOH - Essigsäure: Gefahr

H226, H314

P280, P301 + P330 + P331, P307 + P310, P305 + P351 + P338

Entsorgung: neutralisieren, dann gut verdünnt in Abfluss

CH_3COONa - Natriumacetat: keine Gefahr

Entsorgung: Abfluss

$K_2Cr_2O_7$ - Lsg. - Kaliumdichromat: Gefahr

H315, H317, H319, H334, H340, H350, H360FD, H411

P201, P201, P273, P280, P305 + P351 + P338, P308 + P313

Entsorgung: saure Schwermetallabfälle

$(NH_4)_2SO_4$ - Lsg. keine Gefahr Entsorgung: Abfluss

$MgSO_4$ keine Gefahr Entsorgung: Abfluss

$CaSO_4$ keine Gefahr Entsorgung: Abfluss

$SrSO_4$ keine Gefahr Entsorgung: Abfluss

ANHANG - ALLE H- und P-Sätze aus der 1. Quali-Analyse

H: Hazard (Gefahr)

- H221 - Entzündbares Gas
- H224 - Flüssigkeit und Dampf extrem entzündbar
- H225 - Flüssigkeit und Dampf leicht entzündbar
- H226 - Flüssigkeit und Gas entzündbar
- H228 - Entzündbarer Feststoff
- H272 - kann Brand verstärken, Oxidationsmittel
- H280 - enthält Gas unter Druck, kann bei Erwärmung explodieren
- H300 - kann gefährliches Metall sein
- H301 - Giftig bei Verschlucken
- H302 - Gesundheitsschädlich bei Verschlucken
- H314 - verursacht schwere Verätzungen der Haut und schwere Augenschäden
- H315 - verursacht Hautreizungen
- H317 - kann allerg. Hautreaktionen verursachen
- H318 } verursacht schwere Augenreizungen }
- H319 } verursacht schwere Augenschäden }
- H331 - giftig bei Einatmen
- H332 - gesundheitsschädlich bei Einatmen
- H334 - kann bei Einatmen Allergie, asthmaartige Symptome und Atembeschwerden verursachen
- H335 - kann die Atemwege reizen
- H340 - kann genetische Defekte verursachen
- H350 - kann Krebs erzeugen
- H360Df - kann das Kind im Mutterleib schädigen, kann vermutlich die Fruchtbarkeit beeinträchtigen
- H360Fd - kann die Fruchtbarkeit beeinträchtigen, kann das Kind im Mutterleib schädigen
- H373 - kann die Organe schädigen bei längerer/wiederholter Exposition
- H400 - sehr giftig für Wasserorganismen
- H410 - sehr giftig für Wasserorganismen mit langfr. Wirkung
- H411 - giftig für Wasserorganismen mit langfr. Wirkung
- H412 - schädlich für Wasserorganismen mit langfr. Wirkung

P-Sätze auf Rückseite →

P: Precautionary (Vorsichtsmaßnahme, Reaktion)

- P201 - Vor Gebrauch besondere Anweisungen einholen
- P210 - von Hitze/Funken/offener Flamme/heißen Oberflächen fernhalten - nicht rauchen
- P220 - von Kleidung / brennbaren Materialien fernhalten / entfernt lagern
- P261 - Einatmen von Staub / Rauch / Gas / Nebel / Dampf / Aerosol vermeiden
- P273 - Freisetzen in Umwelt vermeiden
- P280 - Schutzhandschuhe / Kleidung / Augenschutz / Gesichtsschutz tragen
- P321 - besondere Behandlung laut Kennzeichnungssymbol
- P405 - unter Verschluss aufbewahren
- P501 - Inhalt / Behälter entsprechend der geltenden Regeln entsorgen

- P301 + P330 + P331 - Bei Verschlucken: Mund ausspülen. Kein Erbrechen herbeiführen.
- P301 + P310 - Bei Verschlucken: sofort Giftinformationszentrum / Arzt anrufen
- P304 + P340 - Bei Einatmen: Person an die frische Luft bringen und in einer Position ruhigstellen, die das Atmen erleichtert
- P302 + P352 - Bei Kontakt mit der Haut: mit viel Wasser und Seife waschen
- P305 + P351 + P338 - Bei Kontakt mit den Augen: einige Minuten behutsam mit Wasser spülen. Vorhandene Kontaktlinsen nach Möglichkeit entfernen. weiter spülen.
- P307 + P310 + P308 + P313 - Bei Exposition: sofort Giftinformationszentrum / Arzt anrufen
- P410 + P403 - Bei Exposition oder falls betroffen: ärztl. Rat einholen / ärztl. Hilfe hinzuziehen
vor Sonneneinstrahlung geschützt an einem gut belüfteten Ort aufbewahren

Ich habe die H- und P-Sätze zu den o.g. Chemikalien verstanden und werde sie einhalten und beachten.

30.8.19

BWV alle H & P Sätze bei allen Verbindungen ausschreiben

$K_2Cr_2O_7$ -Lsg.:

- H315 verursacht Hautreizungen
- H317 kann allerg. Kontakt. verursachen
- H319 verursacht schwere Augenreizungen
- H334 kann bei Einatmen Allergie, asthmaartige Symptome, Atembeschwerden verursachen
- H340 kann genetische Defekte verursachen
- H350 kann Krebs erzeugen
- H360FD kann Fruchtbarkeit beeinträchtigen, kann Kind oder Mutterleib schädigen
- H411 giftig für Wasserorganismen mit langfr. Wirkung
- P201 vor Gebrauch besondere Anweisungen einholen
- P261 Einatmen von Staub / Rauch / Dampf / Aerosol vermeiden
- P273 Freisetzen in Umwelt vermeiden
- P280 Schutzhandschuhe (-Kleidung) - brille tragen
- P305 + P351 + P338 bei Augenkontakt: einige min mit Wasser spülen, KL entf., weiter spülen
- P308 + P313 bei Exposition: sofort Giftinformationszentrum / Arzt anrufen
- Entf.: saure Schwermetalle *immer mit Ethanol verreiben*

FeSO_4 : Achtung

- H302 Gesundheitsschädlich bei Verschlucken
- H319 verursacht schwere Augenreizung
- H335 verursacht Hautreizungen
- P305 + P351 + P338 Bei Augenkontakt: einige Minuten mit Wasser ausspülen, Kontakte entfernen, weiter spülen

Entsorgung: Schwermetallsalze ✓

Ba(OH)_2 -Lsg.: Gefahr

- H302 Gesundheitsschädlich bei Verschlucken
- H314 verursacht schwere Verätzungen der Haut und schwere Augenschäden
- P260 Staub/Dampf/Aerosol nicht einatmen
- P280 Schutzhandschuhe tragen / Verätzungen / Augenschutz
- P301 + P312 + P330 Verschlucken: Giftinformationszentrum / Arzt anrufen. Mund ausspülen
- P303 + P361 + P353 Berührung mit Haut: alle Kont. Kleidungsstücke ausziehen, Haut mit Wasser abwaschen
- P304 + P340 + P340 Einatmen: Person an frische Luft, für mögl. Atmung sorgen, Giftinformationszentrum / Arzt anrufen
- P305 + P351 + P338 + P340 Augenkontakt: einige Minuten mit Wasser spülen, eventuelle Kontaktlinsen entfernen, weiter spülen, Giftinformationszentrum / Arzt anrufen

Entsorgung: mit HCl neutralisieren, Schwermetallsalze ✓

CO_2 : Achtung

- H280 enthält Gas unter Druck, kann bei Erwärmung ~~explodieren~~ explodieren
- P403 an gut belüftetem Ort aufbewahren

NH_4Cl : Achtung

- H302 gesundheitsschädlich bei Verschlucken
- H319 verursacht schwere Augenreizung
- P305 + P351 + P338 Augenkontakt: einige Minuten mit Wasser ausspülen, KL entfernen, weiter spülen

Entsorgung: organische Feststoffe ✓

MgCl_2 : keine Gefahr

Ents.: Ausguss, ABER nach Phosphatnachweis. Erdsauer Schwermetalle ✓

$\text{Pb}(\text{H}_2\text{COO})_2$ -Lsg.: Gefahr

- H360DF kann das Kind im Mutterleib schädigen, kann verm. Fruchtbarkeit beeinträchtigen
- H373 kann die Organe schädigen bei längerer / wiederholter Exposition
- H410 sehr giftig für Wasserorganismen mit langfr. Wirkung
- P201 vor Gebrauch bes. Anweisungen einholen
- P273 Freisetzen in Umwelt vermeiden
- P308 + P313 Bei Exposition: ärztl. Rat holen
- P501 Inhalt / Behälter Sammelstelle zuführen

Ents.: saure Schwermetalle ✓

PbSO_4 : Gefahr

PbS: Gefahr

H302 Gesundheitsschädlich bei Verschlucken
H332 " " Einatmen
H360DF kann Kind im Mutterleib schädigen, kann vermehrte Fruchtbarkeit beeinträchtigen
H373 kann Organe schädigen bei wdh. Exposition
H410 sehr giftig für Wasserorganismen mit langfr. Wirkung
P201 vor Gebrauch des Anw. einlesen
P273 Freisetzen in Umwelt vermeiden
P301+P312 bei Exposition: ärztl. Rat einholen
P501 Behälter Sammelstelle zuführen
Ents.: angesäuert in Schwermetallrückfall **Feinstoffhalt**

H₂S: Gefahr

H314 verursacht schwere Verätzungen der Haut und schwere Augenschäden
H412 schädlich für Wasserorganismen mit langfr. Wirkung
P273 Freisetzen in Umwelt vermeiden
P280 Schutzhandschuhe/-kleidung/-brille tragen
P305+P351+P338 bei Augenkont.: einige min. behutsam mit Wasser spülen, Kontaktlinsen entfernen, weiter spülen

~~P280~~ Ents.: neutralisieren, gut verd. in **Abzug**

NaOH: Gefahr

H290 kann gegen Metalle korrosiv sein
H314 verursacht schwere Verätzungen der Haut und schwere Augenschäden
P280 Schutzhandschuhe/-kleidung/-brille tragen
P305+P351+P338 bei Augenkont.: einige min. spülen, KL entf., weiter spülen,
P310 sofort Giftinfozentrum / Arzt anrufen
Ents.: neutralisieren, gut verd. in **Abzug** ✓

BaCO₃: Achtung

H302 gesundheitsschädlich bei Verschlucken
Ents.: saure Schwermetalle ✓

(NH₄)₂CO₃: Achtung

H302 gesundheitsschädlich bei Verschlucken
P301+P312 bei Verschlucken: bei Unwohlsein Giftinfozentrum / Arzt anrufen
Ents.: Auszug ✓

Cl₂CO₂: Gefahr

H226 Flüssigkeit/Dampf entzündlich
H314 verursacht schwere Verätzungen der Haut und schwere Augenschäden
P280 Schutzhandschuhe/-kleidung/-Augenschutz/-Gesichtsschutz tragen
P301+P330+P331 Bei Verschlucken: Mund ausspülen, kein Erbrechen auslösen
P307+P310 bei Exposition: sofort Giftinfozentrum / Arzt anrufen
P305+P351+P338 bei Augenkontakt: einige min. spülen, KL entf., weiter spülen
Ents.: Auszug ✓

K₂Cr₂O₇-Lsg

H311 verursacht Hautreizungen

OK

ANALYSE II - Urotropin- und Ammoniumsulfidgruppen

Urotropin-Gruppe: Fe^{3+} , Al^{3+} , Cr^{3+}

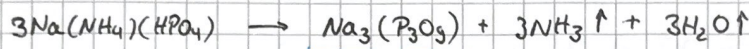
Ammoniumsulfid-Gruppe: Mn^{2+} , Zn^{2+} , Co^{2+} , Ni^{2+}

Vorproben

Phosphorsalzperle

Die Spitze eines Magnesiastäbchens (oder Pt-Draht) zum Glühen erhitzen, und weiß in „Phosphorsalz“, $\text{Na}(\text{NH}_4)(\text{H}_2\text{PO}_4)$, tauchen.

Zusammengepresste Perle in der Flamme schmelzen lassen, bis sich keine Gasblasen mehr entwickeln.

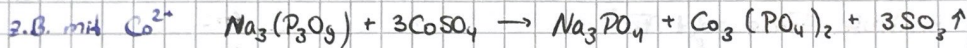


eine Schmelzperle

Die erkaltete, mit Wasser befeuchtete Perle in die Probe tauchen

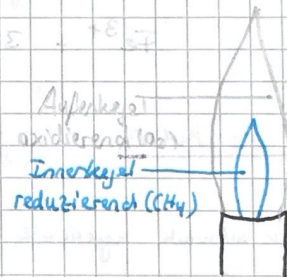
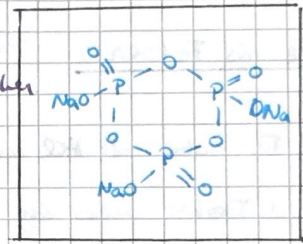
Perle und Probe (zunächst nur wenig) in der Oxidations- oder

Reduktionszone der Flamme zusammenschmelzen.



Abhängig von der Flammezone können die Oxidationsstufen der Metalle variieren, was zu unterschiedlichen Perlenfärbungen führt.

⇒ mit Reduktionsperle an Grenzen zwischen den Flamme-
zonen arbeiten. Perle im Innerkegel kühlen lassen, dann
schnell heraus!



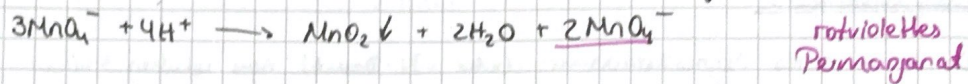
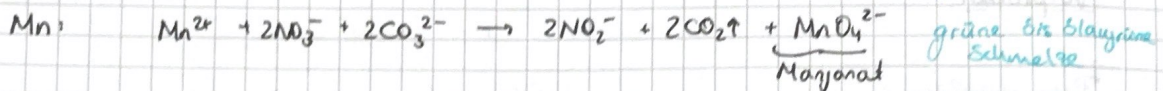
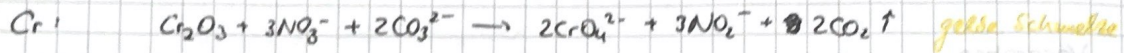
Färben der Phosphorsalzperlen:

	Cr	Mn	Fe	Co	Ni	Cu	Cu+Sn	Zn
Oxidationsflamme	grün	violett	gelb (heiß) ↓ orange (kalt)	blau	gelb (heiß) ↓ braun (kalt)	grünlich (heiß) ↓ blau (kalt)	Rot	Grün
Reduktionsflamme	grün	schwarz	gelblichgrün	blau	Grün	schwarz (heiß) ↓ rotbraun (kalt)	Grün	Grün

⚠ bei manchen Kationen ändert sich die Farbe beim Abkühlen ⚠

Oxidationschmelze Cr, Mn

Die gemessene Ursubstanz mit der zwei- bis dreifachen Menge einer Mischung aus gleichen Teilen Soda (Na_2CO_3) und Natriumnitrat (NaNO_3) auf einer Magnesiascheibe vorsichtig aufschmelzen. Danach abkühlen lassen.

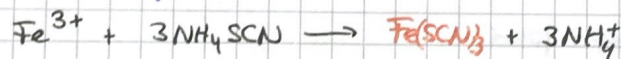


Nach Auflösen der Schmelze in verd. HCl entsteht durch Disproportionierung das MnO_2

NACHWEISE

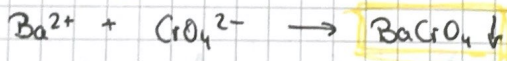
Fe als $\text{Fe}(\text{SCN})_3$

- Fe-Probe mit HCl schwach ansäuern.
- 1 Tropfen dieser Lsg. auf einer Tropfplatte mit 1 Tropfen einer $1 \frac{\text{mol}}{\text{l}}$ NH_4SCN -Lsg. versetzen.
- Eine **blutrote Farbe** zeigt Fe^{3+} an.
- Bei Extraktion des gebildeten $\text{Fe}(\text{SCN})_3$ in Ether erhöht sich die Empfindlichkeit.



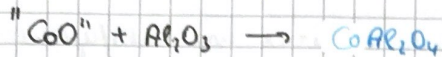
CrO_4^{2-} als BaCrO_4

- Eine schwach angesäuerte gelbe Chromat-Lsg. tropfenweise mit einer BaCl_2 -Lsg. versetzen.
- Ein **gelber Niederschlag** von BaCrO_4 zeigt $(\text{CrO}_4)^{2-}$ an.



Al als Thénards Blau

- Der gewässchere und gebrauchte $Al(OH)_3$ -Niederschlag wird auf einer Magnesiastimme mit 1 Tropfen einer sehr verdünnten $Co(NO_3)_2$ -Lsg. (höchst 0.1%ig!) versetzt.
- In der oxidierenden Zone der Brennerflamme glühen.
- Die dabei entstehenden Oxide reagieren unter Bildung des blauen $CoAl_2O_4$:



▽ Bei zu konzentrierter $Co(NO_3)_2$ -Lsg. entsteht schwarzes Co_3O_4 , überdeckt das Blau!

Die im Labor stehende Lsg. ist viel zu konzentriert!

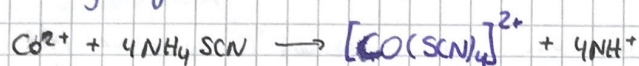
▽ SO_3 , B_2O_3 und P_2O_5 geben ähnliche Rkt. wie Al_2O_3 \Rightarrow BLINDPROBE!

Zn als Permanns-Grün

- ZnS oder $ZnCO_3$ auf einer Magnesiastimme durch Erhitzen in ZnO überführen.
- Mit 1 Tropfen sehr verdünnter $Co(NO_3)_2$ -Lsg. versetzen.
- In der oxidierenden Zone der Brennerflamme glühen.
- Bildung des grünen Mischoxids $Zn_{1-x}Co_xO$ "Permanns Grün"

Co^{2+} als $[Co(SCN)_4]^{2-}$

- 1ml einer essigsaurer Lösung mit 1ml einer Lsg von NH_4SCN in Aceton versetzen.
- eine blaue Färbung zeigt Co^{2+} an.



- Die blaue Farbe wird in eine Amylalkoholschicht extrahiert.
- Ni^{2+} stört nicht, Evtl. Fe^{3+} stört ($\rightarrow Fe(SCN)_3$)

Ni^{2+} als $[Ni(dmg)_2]$

- eine essigsaurer Lsg. mit verd. NH_3 leicht alkalisch machen
- 1ml dieser Lsg mit einigen Tropfen einer gesättigter Dimethylglyoxim-Lsg. in Ethanol versetzen.
- Die Bildung eines **rosaroten Niederschlags** des Chelatkomplexes $[Ni(dmg)_2]$ zeigt Ni^{2+} an.
- Co^{2+} stört nicht.

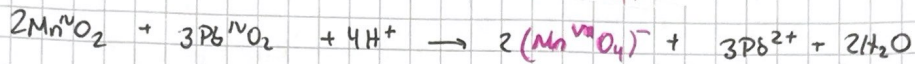
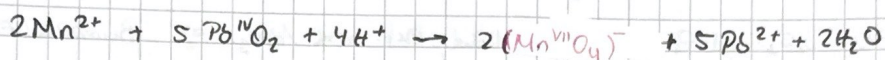


Mn als $(MnO_4)^-$

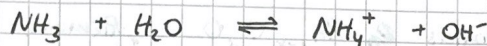
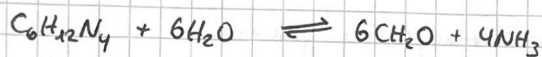
Mangan in niedrigen Oxidationsstufen (Mn^{2+} , Mn^{3+} , $Mn^{IV}O_2$, $Mn^{IV}O(OH)_2$) wird zu Permanganat oxidiert ($Mn^{VII}O_4^-$)

- 1 ml Probelösung (bzw. $MnO(OH)_2$ -Suspension) mit 1-2 ml konz. HNO_3 und einer Spatelspitze Mn-freiem $Pb^{IV}O_2$ versetzen.
- einige Minuten kochen, danach verdünnen und zentrifugieren.
- **Intensive Violette Färbung** des Zentrifugats schließt auf Permanganat-Ionen.

! **BLINDPROBE WICHTIG!**

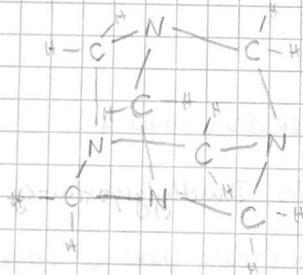


Urotropin zerfällt durch Hydrolyse beim Erhitzen im Wasser:



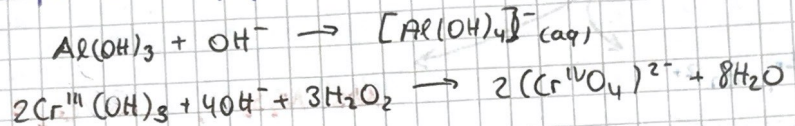
- Vorteile:
- Fällung aus homogener Lösung (gleicher pH-Wert über alle)
 - langsame Steigerung des pH-Werts bis $pH = 5 - 6$
 - mikrokristalline Niederschläge der Metallhydroxide
 - Reduz. Wirkung von CH_2O verändert Oxidation von Mn^{2+}
 - Mit Acetat als Base: Bildung von löslichem $[Cr_3^{III}(O)(Ac)_6(OH)_3]^+$
→ HAC/Ac-Pufferlg. ungeeignet.

Urotropin:



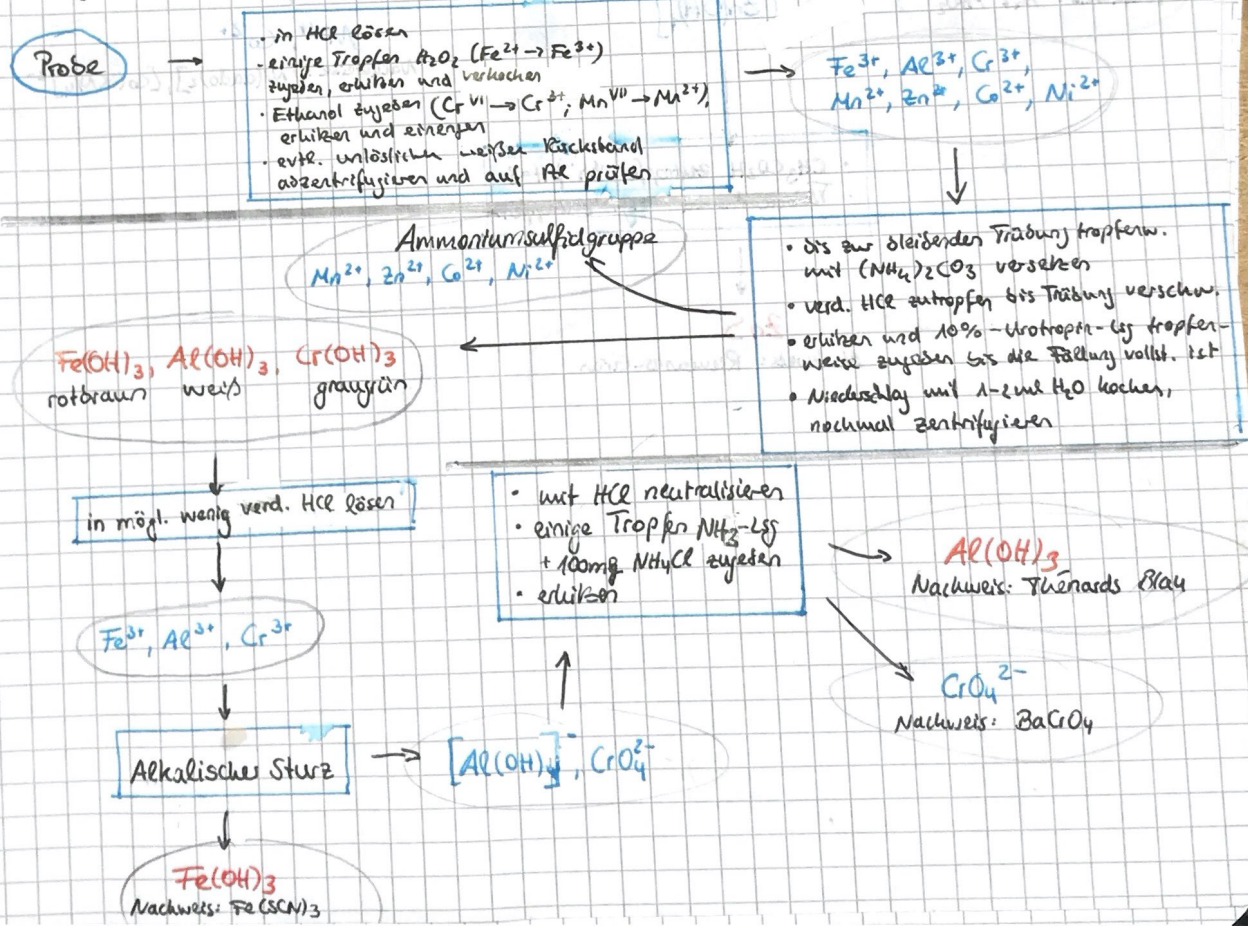
Alkalischer Sturz

Hydroxid-Niederschläge $Fe(OH)_3, Al(OH)_3, Cr(OH)_3$ in wenig verd. HCl lösen.
 Die saure Lösung mit Na_2CO_3 -Lösung abstopfen
 Eine frische Lsg. aus 3 KOH-Plättchen (ca. 0.5g) und 5-10 Tropfen 30% H_2O_2
 in 3ml H_2O herstellen
 Die abgestufte Lösung unter leichtem Erwärmen und Umrühren in die KOH/ H_2O_2 -Lösung gießen („Alkalischer Sturz“)
 Anschließend pH-Wert überprüfen (sollte stark alkalisch sein!)

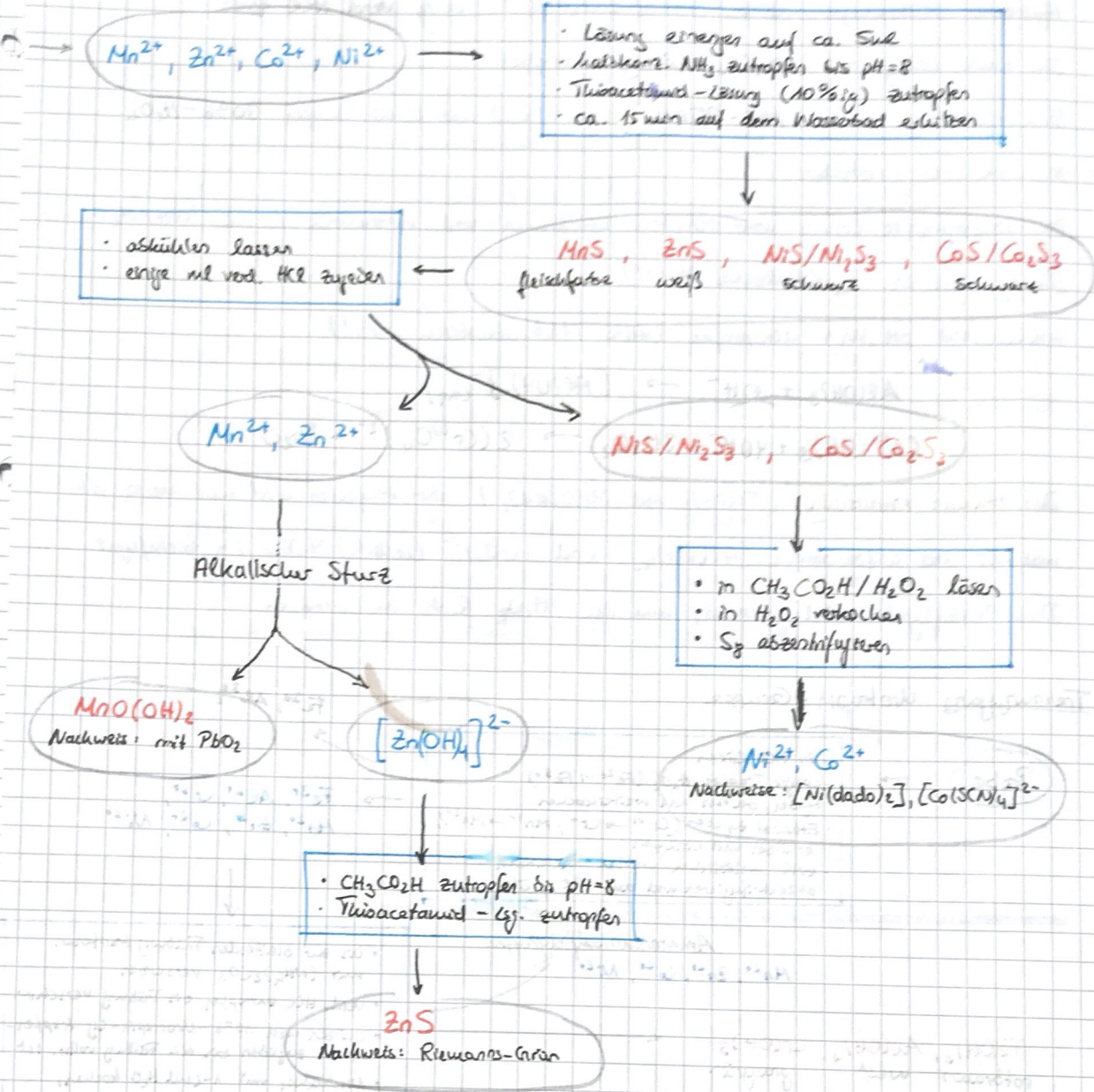


Den braunen Niederschlag ($Fe(OH)_3$ und $MnO(OH)_2$) abzentrifugieren und mit Wasser gut waschen und aufbewahren. $[Al(OH)_4]^-$ und $(CrO_4)^{2-}$ (löslich) bleiben im Zentrifugat.
 Das Zentrifugat wird gekocht, um die H_2O_2 -Reste zu zerstören.

Trennungsgang Urotropin-Gruppe



Trennungsgang Ammoniumsulfid-Gruppe



Analyse II - Verwendete Chemikalien

Aus Analyse I: $\text{NH}_3(\text{aq})$; NH_4Cl ; Na_2CO_3 ; BaCrO_4 ;
 HCl konz./verd. ; CH_3COOH ; $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$; HNO_3 ; BaCl_2

neue Chemikalien:

$\text{C}_6\text{H}_{12}\text{N}_4$ - Urotropin: **Achtung**

H28 Entzündbarer Feststoff
H317 kann allerg. Hautreakt. verursachen
P210 von Hitze, heißen Oberflächen, Funken, offenen Flammen und anderen Zündquellen fernhalten
P280 Schutzhandschuhe / Schutzkleidung / Augenschutz tragen
P333 + P313 Bei Hautreizung (Russtag ärztl. Rat einholen)
Entsorgung: verkochen, dann Schwermetallbehälter

CH_2O - Formaldehydlösung: **Gefahr: ätzend, gesundheitsschädlich, giftig**

H301 + H311 + H331 giftig bei Verschlucken, Hautkontakt, Einatmen
H314 schwere Verätzungen der Haut, schwere Augenschäden
H317 kann allerg. Hautreakt. verursachen
H335 kann Atmung reizen
H341 kann vermuthl. genetische Defekte verursachen
H350 krebserregend
H370 schädigt die Organe (Auge)
P201 + P202 Besondere Vorsichtsmaßnahmen für die Handhabung
P273 in die Umwelt freisetzen
P280 Schutzhandschuhe, -kleidung, Augenschutz tragen
P303 + P361 + P353 Bei Hautberührung: kontam. Kleidungsstücke ausziehen, Haut abwischen
P304 + P340 Bei Einatmen: Person an frische Luft, für ungel. Atmung sorgen
P305 + P351 + P338 Bei Augenkontakt: einige min. Schutzbrille mit Wasser ausspülen,
P308 + P313 Bei Exposition / falls betroffen: Giftinformationszentrum anrufen
Kontaktlinsen entfernen, weiter spülen

Entsorgung: organische Lösemittel

$\text{Fe}(\text{OH})_3$ - Eisen(III)-hydroxidoxid
 $\text{Al}(\text{OH})_3$ - Aluminiumhydroxidoxid
 $\text{Cr}(\text{OH})_3$ - Chrom(III)-hydroxidoxid } keine Gefahr

Entsorgung: Schwermetallsalze

KOH - Kaliumhydroxid: **Gefahr**

H290 kann jev. Metalle korrosiv sein
H302 gesundheitsschädlich bei Verschlucken
H314 verursacht schwere Verätzungen der Haut, Augenschäden
P280 Schutzhandschuhe, -kleidung, Augenschutz
P301 + P330 + P331 Verschlucken: Mund ausspülen, kein Erbrechen!
P305 + P351 + P338 Augenkontakt einige min. gründl. mit Wasser spülen, Kontaktlinsen entf., weiter spülen
P308 + P313 Bei Exposition / Unwohlsein: Giftinformationszentrum / Arzt anrufen
Entsorgung: ~~organische~~ Ausguss nach Neutralisation mit HCl

H_2O_2 (30%) - Wasserstoffperoxid: **Gefahr**

H302 + H332 Gesundheitsschädlich bei Verschlucken / Einatmen
H318 Verursacht schwere Augenschäden
H412 schädlich für Wasserorganismen mit langfr. Wirkung
P280 Schutzhandschuhe, -kleidung, Augenschutz
P302 + P352 Hautberührung: mit viel Wasser waschen
P305 + P351 + P338 Augenkontakt: einige min. behutsam mit Wasser spülen, evtl. versch. Kontaktlinsen nach Mögl. entfernen, weiter spülen, sofort Giftinformationszentrum / Arzt anrufen
P310 sofort Giftinformationszentrum / Arzt anrufen
P301 + P312 + P330 Bei Verschlucken: die Umhüllung Giftinformationszentrum / Arzt anrufen. Mund ausspülen
Entsorgung: mit H_2O verd., \neq verdünnen, dann Abzug

$Mn(OH)_2$ - Mangan(II)-hydroxid: **keine Gefahr**
Entsorgung: Schwermetallabfälle

CH_3CH_2OH - Ethanol: **Gefahr**

H225 Flüssigkeit, Dampf leicht entzündbar
H319 verursacht schwere Augenreizung
P210 von Hitze, heißen Oberflächen, Funken, offenen Flammen fernhalten, nicht rauchen
P305 + P351 + P338 Bei Augenkontakt: einige min. behutsam mit Wasser spülen, evtl. versch. Kontaktlinsen entf.
P370 + P378 Bei Brand: Löschpulver/Trockensand zum Löschen verwenden
P403 + P235 an einem gut bel. Ort versch. aufbewahren. Kühlen halten.
Entsorgung: Verdampfung / Auszug

$Fe(SCN)_3$ - Eisen(III)-thiocyanat: **keine Gefahr**
Entsorgung: stark verdünnt in den Abzug

$NH_4(SCN)_2$ - Ammoniumthiocyanat: **Achtung**

H302 + H312 + H332 Gesundheitsschädlich bei Verschlucken, Hautkontakt, Einatmen
H412 schädlich für Wasserorganismen mit langfr. Wirkung
P273 Freisetzung in Umwelt verm.
P280 Schutzhandschuhe/-kleidung tragen
EUH032 entwickelt bei Berührung mit sauren giftige Gase
Entsorgung: saure Schwermetallabfälle

$(C_2H_5)_2O$ - Diethylether: **Gefahr**

H224 Flüssigkeit und Dampf extrem entzündbar
H302 Gesundheitsschädlich bei Verschlucken
H330 kann Schläfrigkeit und Benommenheit verursachen
P210 von Hitze, heißen Oberflächen, Funken, Zündquellen fernhalten
P261 Einatmen von Dampf vermeiden
Entsorgung: verdampfen in Abzug (keine Heizung)

$Co(NO_3)_2$ -Lsg. - Cobalt(II)-nitratlösung: **Gefahr**

H317 kann allerg. Hautreakt. verursachen
H334 kann bei Einatmen Allergie, Asthma oder Atembeschwerden verursachen
H341 kann vermehrt. genetische Defekte verursachen
H350i kann bei Einatmen Krebs erzeugen
H360DF kann die Fruchtbarkeit beeinträchtigen
H410 sehr giftig für Wasserorganismen mit langfr. Wirkung

weiter: $\text{Co}(\text{NH}_3)_2\text{Cl}_2$:

- P201 Vor Gebrauch besondere Anweisung erhalten
- P273 Freisetzung in Umwelt vermeiden
- P280 Schutzhandschuhe / Augenschutz tragen
- P340 + P304 Bei Einatmen: Person an frische Luft, für ungelebte Atmung sorgen
- P342 + P311 Bei Symptomen der Atemwege: Giftinformationszentrum / Arzt anrufen
- Entsorgung: saure Schwermetalle

CoAl_2O_4 - Thénards Blau: keine Gefahr

Entsorgung:

ZnCO_3 - Zinkcarbonat: Achtung

- H410 sehr giftig für Wasserorganismen mit langfr. Wirkung
- P273 + P301 + P301 Freisetzung in Umwelt vermeiden, verschüttete Mengen aufnehmen, Inhalt / Behälter Sammelstelle zuführen
- Entsorgung: saure Metallabfälle

ZnO - Zinkoxid: Achtung

- H410 sehr giftig für Wasserorganismen mit langfr. Wirkung
- P273 Freisetzung in Umwelt vermeiden
- P301 verschüttete Mengen aufnehmen
- P301 Inhalt / Behälter über anerkannten Abfallentsorgungsweg zuführen
- Entsorgung: ansäuern, saure Schwermetalle

CoO - Cobalt(II)oxid: Gefahr

- H301 Giftig bei Verschlucken
- H332 kann allerg. Hautreiz. verursachen
- H330 Lebensgefahr beim Einatmen
- H370 kann bei Einatmen Allerg., Asthma oder Atemschmerzen verursachen
- H410 sehr giftig für Wasserorganismen mit langfr. Wirkung
- P200 Gas/Dampf nicht einatmen
- P273 Freisetzung in Umwelt vermeiden
- P280 Schutzhandschuhe tragen
- P201 + P210 + P330 Bei Verdacht: Giftinfoztr. / Arzt anrufen - Mund aussp.
- P304 + P340 Bei Einatmen: Person an fr. Luft bringen und für Atmung sorgen, Giftinfo / Arzt anrufen
- P341 + P311 Bei Symptomen der Atemwege: Giftinfoztr. / Arzt anrufen
- P331 Verschüttete Mengen aufnehmen
- P403 + P232 An einem gut bel. Ort aufbew. Behälter dicht verschl. halten
- Entsorgung: ansäuern, saure Schwermetalle

CH_3CSNH_2 - Thioacetamid (TAA): Gefahr

- H302: Gesundheitsschädl. bei Verschlucken
- H315 verursacht Hautreizungen
- H313 verursacht schwere Augenreizung
- H350 kann Krebs erzeugen
- H412 schädlich für Wasserorganismen mit langfr. Wirkung
- P201 Vor Gebrauch des. Anweisungen erhalten
- P223 Freisetzung in Umwelt vermeiden
- P205 + P251 + P252 bei Augenkontakt: einige min. mit Wasser aussp., Kontaktl. entf., weiter spülen
- P306 + P313 Bei Exposition / falls schwapfen: ärztl. Rat einholen
- Entsorgung: verdünnen, saure Schwermetalle

MnS - Mangan(II)sulfid: **Achtung**

- H315 verursacht Hautreizungen
- H317 kann allerg. Hautknt. verursachen
- H319 verursacht schwere Augenreizung
- H411 giftig für Wasserorganismen mit langfr. Wirkung
- P280 Schutzhandschuhe tragen
- P305 + P351 + P338 Bei Augenkontakt: einige min. mit Wasser ausspülen, Kontaktl. entfernen, weiter spülen
- Entsorgung: saure Metallabfälle

ZnS - Zinkarsulfid: **keine Gefahr**

Entsorgung:

NiS - Nickel(II)sulfid: **Gefahr**

- H332 Gesundheitsschädlich bei Einatmen
- H350D1 kann bei Einatmen Krebs erzeugen
- H341 kann vermind. genetische Defekte verursachen
- H372 schädigt die Organe
- H317 kann allerg. Hautknt. verursachen
- H410 sehr giftig für Wasserorganismen mit langfr. Wirkung
- P201 vor Gebrauch besondere Anweisungen einholen
- P281 (aufgehoben)
- P273 Freisetzung in Umwelt vermeiden
- P302 + P352 Bei Hautkontakt: mit viel Wasser waschen
- P303 + P611 (aufgehoben) Bei Exposition/Unwohlsein: Giftinformationszentrum/Arzt anrufen
- Entsorgung: ansäuern, mit H₂O verdünnen, dann saure Metallabfälle

CoS - Cobaltsulfid: **Achtung**

- H317 kann allerg. Rkt. verursachen
- H400 sehr giftig für Wasserorganismen
- P273 Freisetzung in Umwelt vermeiden
- P280 Schutzhandschuhe, -kleidung, Augenschutz tragen
- Entsorgung: ansäuern, mit H₂O verdünnen, dann saure Metallabfälle

MnO₂ - Mangan(IV)oxid: **Achtung**

- H302 + H332 Gesundheitsschädlich bei Einatmen
- H373 kann Organe schädigen bei längerer oder wdh. Exposition durch Einatmen
- P314 Bei Unwohlsein ärztlichen Rat einholen
- Entsorgung: mit Natriumthiosulfat reduzieren, in Schwermetallabfall-Sammelbehälter

PbO₂ - Blei(IV)oxid: **Gefahr**

- H272 kann Brand verst., Oxidationsmittel
- H360DF kann das Kind im Mutterleib schädigen, kann vermind. die Fruchtbarkeit schädigen
- H302 + H332 Gesundheitsschädlich bei Verschlucken, Einatmen
- H373 kann die Organe schädigen bei längerer/wiederholter Exposition
- H410 sehr giftig für Wasserorganismen mit langfr. Wirkung
- P201 vor Gebrauch des Anweisungen einholen
- P210 vor Hitze und anderen Hitzequellen fernhalten, nicht rauchen
- P261 Einatmen von Gas/Dampf vermeiden
- P273 Freisetzung in Umwelt vermeiden
- P280 Schutzhandschuhe/-kleidung, Augenschutz, Gesichtsschutz tragen
- P308 + P313 Bei Exposition oder falls betroffen: ärztlichen Rat einholen
- Entsorgung: Schwermetalle Sammelbehälter, nicht verbrennen!

S - Schwefel: Achtung

H315 Verursacht Hautreizungen
Entsorgung: anorganische Feststoffe

C₃H₆O - Aceton: Gefahr

H225 Flüssigkeit und Dampf leicht entzündbar
H319 Verursacht schwere Augenreizung
H336 Kann Schläfrigkeit und Benommenheit verursachen
P210 von Hitze und Zündquellen fernhalten. Nicht rauchen
P240 Behälter und zu befüllende Anlage abkühlen
P305 + P351 + P338 Bei Augenkontakt einige Minuten spülen, evtl. Kontaktl. entfernen, weiter spülen
P403 + P233 An einem gut bel. Ort aufbew. , Behälter dicht verschl. halten
Entsorgung: Sammelbehälter für halogenfreie organische LM

Co(SCN)₂ - Cobalt (II)-thiocyanat: Achtung

H302 Gesundheitsschädlich bei Verschlucken
H312 Gesundheitsschädlich bei Hautkontakt
H332 " bei Einatmen
H410 sehr giftig für Wasserorganismen mit langfr. Wirkung
P273 Freisetzung in Umwelt vermeiden
P280 Schutzhandschuhe, -kleidung, Augenschutz, Gesichtsschutz tragen
P501 Inhalt/Behälter Sammelstelle zuführen
Entsorgung: ansäuern, saure Schwermetallabfälle

Dimethylglyoxim: Gefahr

H228 Entzündbarer Feststoff
H301 Giftig bei Verschlucken
P201 vor Gebrauch besondere Anweisungen einholen
P301 + P310 bei Verschlucken: Giftinformationszentrum / Arzt anrufen
Entsorgung: saure Schwermetallabfälle

Ich habe die H- und P-Sätze zu den genannten Chemicalien
verstanden und werde ^{diese} beachten.

, 20. August 2013

io Rückfragen

ANALYSE III

zu analysierende Ionen: Schwefelsäuregruppe $\text{Ag}^+, \text{Pb}^{2+}$
 Schwefelwasserstoffgruppe $\text{Pb}^{2+}, \text{Bi}^{3+}, \text{Cu}^{2+}, \text{Sb}^{3+}, \text{Sn}^{2+/4+}$

Darstellung von H_2S

- Industriell: Direktsynthese bei 600°C $\text{H}_2 + \text{S} \rightarrow \text{H}_2\text{S}$
- Im Labor: Zersetzung von Metallsulfiden $\text{FeS} + 2\text{HCl} \rightarrow \text{H}_2\text{S}\uparrow + \text{Fe}^{2+} + 2\text{Cl}^-$

⚠ VORSICHT

H_2S ist sehr giftig! (schon bei $<100\text{ppm}$)

Aber es stinkt nach faulen Eiern. Dieser Geruch ist schon bei viel kleineren Konzentrationen unerträglich!

- In situ: Hydrolyse von Thioacetamid (TAA): $\text{CH}_3\text{C}(=\text{S})\text{NH}_2 + 2\text{H}_2\text{O} \rightarrow \text{CH}_3\text{COO}^- + \text{NH}_4^+ + \text{H}_2\text{S}$

Ⓜ Fällung von Metallsulfiden mit TAA

- kein lokales Überschuss an H_2S oder Übersättigung der Lösung
 - langsame in situ Bildung von H_2S in der homogenen Lösung
- ⇒ kompakte, mikrokristalline Niederschläge: gut filtrierbar und mit nur wenigen Verunreinigungen

VORPROBE

Bismutnutsche

Aus Filtrierpapier eine Rinne falten.

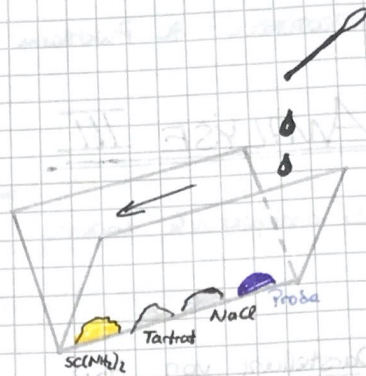
Auf dieser nacheinander von oben nach unten:

1) 1g Ursubstanz bzw. Bismutverbindung

2) 2x NaCl

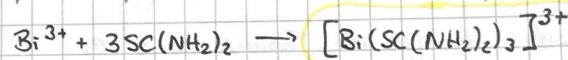
3) 2x Na- oder K-Tartarat

4) 2x Thioharnstoff: $\text{H}_2\text{N}-\text{C}(=\text{S})-\text{NH}_2$



Verd. HNO_3 auf die Ursubstanz tropfen (Pastorpipette). Die HNO_3 soll langsam die Rinne hinunterlaufen.

- NaCl \rightarrow Fällung von Ag^+ und Hg_2^{2+} als AgCl und Hg_2Cl_2
- Tartarat \rightarrow Komplexierung von Sb^{3+} und Sn^{2+}
- Thioharnstoff \rightarrow falls Bi^{3+} positiv, bildet sich ~~das~~ ein tiefgelber Komplex:



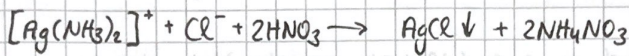
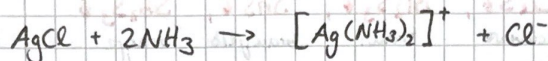
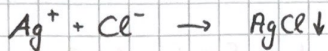
Blindprobe SEHR WICHTIG!

Fe^{3+} oder Al^{3+} in der Probe? NaF wäre benötigt (Komplexierung als $[\text{FeF}_6]^{3-}$ oder $[\text{AlF}_6]^{3-}$), aber im Praktikum gibt NaF - Verbot!

NACHWEISE

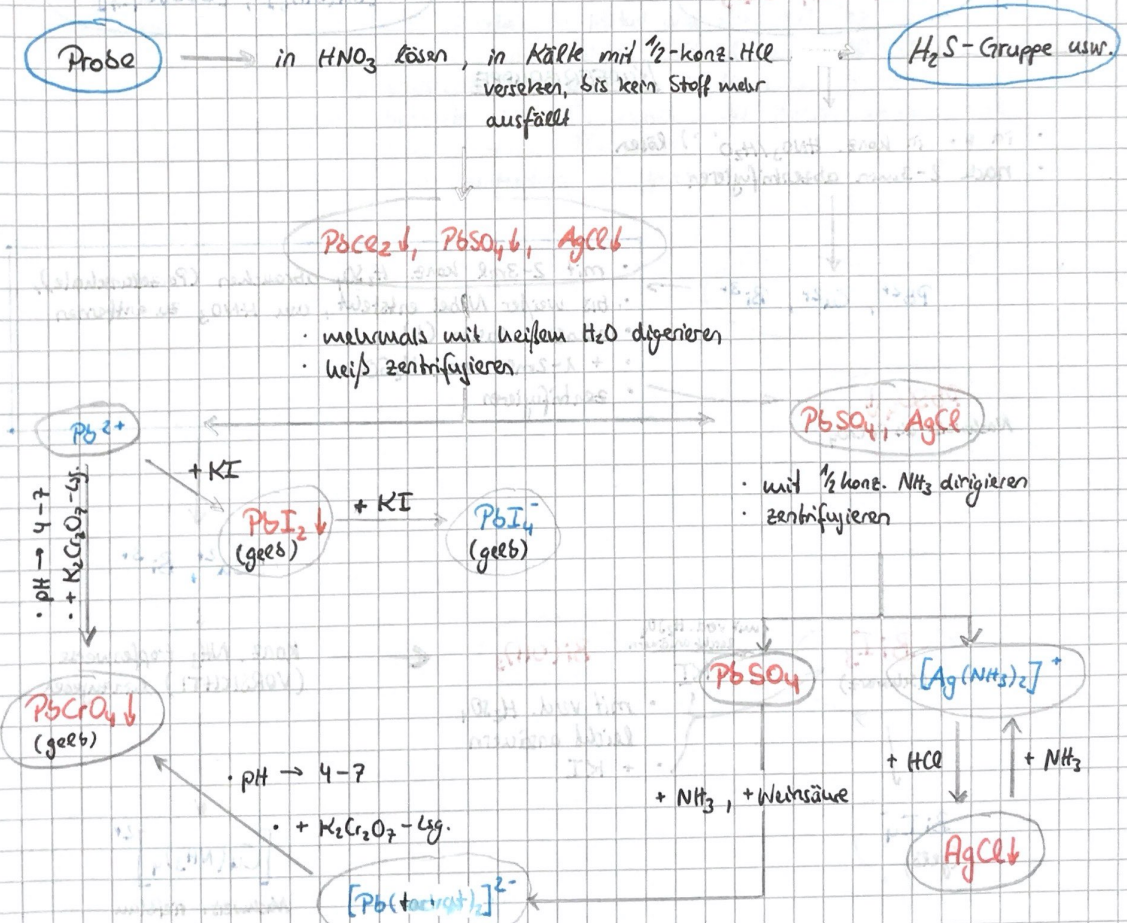
Silber als AgCl

- zu der salpetersauren ProbeLösung einige Tropfen halbkonz. HCl geben
- Bildung einer milchigen Suspension oder eines weißen Niederschlags deutet auf Ag^+ hin
- Der AgCl-Niederschlag kann mit Ammoniak wieder gelöst werden.

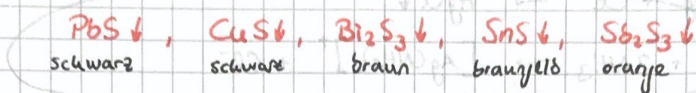
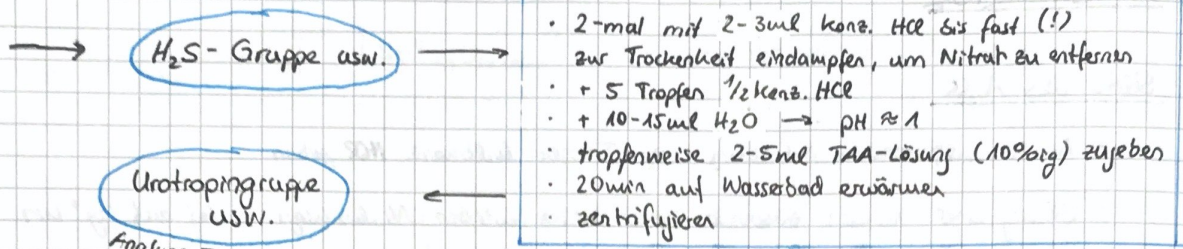


! Achtung Ammoniakalische Silberlösungen vor Aufbewahren ansäuern! (und Entzentrifugieren)

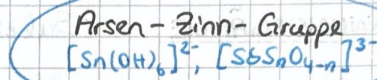
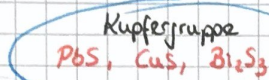
TRENNUNGSGÄNGE - Salzsäure-Gruppe



Schwefelwasserstoffgruppe

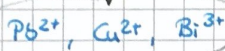


- mit ca. 2ml (1% LiOH, 5% KNO₃)-Lsg. digerieren
- zentrifugieren

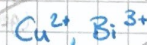


KUPFERGRUPPE

- in konz. HNO₃/H₂O (Verh. 1:2) lösen
- nach 2-3min abzentrifugieren



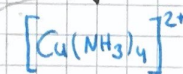
- mit 2-3ml konz. H₂SO₄ abrauchen (Porzellanschale), bis weißer Nebel entsteht, um HNO₃ zu entfernen
 - erkalten lassen (!)
 - + 1-2ml verd. H₂SO₄
 - zentrifugieren



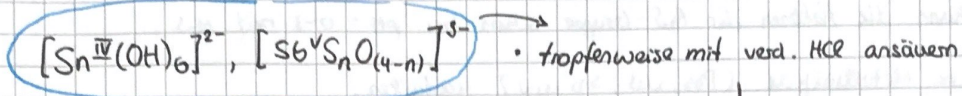
konz. NH₃ tropfenweise
(VORSICHT!) hinzugeben



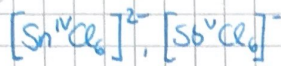
- mit verd. H₂SO₄ leicht ansäuern
- + KI



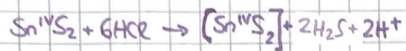
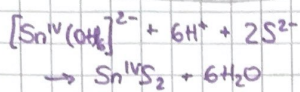
Arsen-Zinn-Gruppe



+ lösliche Sn^{4+}, Sb^{5+}



- 1-2 ml konz. HCl zugeben
- erwärmen



mit Fe-Nagel reduzieren
 $Fe + HCl \rightarrow FeCl_2 + H^{\uparrow}$



elementares Sb ↓
(schwarze Flockchen auf dem Eisen)

- Leuchtprobe für Sn^{2+} :
- ein Körnchen Zn-Metall und 5 ml verd. HCl zugeben
 - ein mit kaltem Wasser (oder durch $KMnO_4$ -Lsg) kaltegefülltes Reagenzglas in die Lösung tauchen
 - benetzte Stelle des Glases in die Bunsenflamme halten
 - schöne blaue Fluoreszenz zeigt Sn an!
 - sehr empfindlich: Blindprobe!

Analyse III - Verwendete Chemikalien

aus Analyse I: HNO_3 (verd.) ; NH_3 (aq) ; AgCl ; PbS ;

HCl ; H_2SO_4 ; $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$

aus Analyse II: TAP-Lösung

neue Chemikalien:

NaCl - Kochsalz: keine Gefahr

Entsorgung: gelöst in August, ~~keine~~ Feststoffe

$\text{KNaC}_4\text{H}_4\text{O}_6$ - Kaliumtartrat: keine Gefahr

Entsorgung: gelöst in August, Feststoffe

$\text{CH}_4\text{N}_2\text{S}$ - Thiourostoff: Gefahr

H302 Gesundheitsschädlich bei Verschlucken

H351 kann vermehrte Krebs erzeugen

H361D kann neben dem Kind die Muttermilch schädigen

H411 giftig für Wasserorganismen mit langfr. Wirkung

P201 vor Gebrauch bei Anweisungen erhalten

P273 Freisetzung in Umwelt vermeiden

P301 + P312 + P330 Bei Verschlucken: Bei Unwohlsein (Nichtarztamt/Arzt anrufen, Mund ausspülen)

P308 + P313 Bei Exposition/falls betroffen: ärztl. Rat einholen/ärztl. Hilfe heranziehen

P391 verschüttete Mengen aufnehmen

P501 Inhalt/Behälter einer anerkannten Abfallentsorgungsart zuführen

Entsorgung: feste organische Rückstände KEIN August!

PbCl_2 - Blei(II)-chlorid: Gefahr (ebenso PbI_2)

H302 + H332 Gesundheitsschädlich bei Verschlucken/Einatmen

H360DF kann das Kind im Mutterleib schädigen, vermehrt Fruchtbarkeit beeinträchtigen

H373 kann die Organe schädigen bei längerer/wiederholter Exposition

H410 sehr giftig für Wasserorganismen mit langfr. Wirkung

P201 vor Gebrauch bei Anweisungen erhalten

P261 Einatmen von Staub/Rauch/Gas/Mist/Aerosol vermeiden

P273 Freisetzung in Umwelt vermeiden

P304 + P340 Bei Einatmen: Person an fr. Luft bringen, für ungeh. Atmung sorgen

P312 Bei Unwohlsein (Nichtarztamt/Arzt anrufen)

P308 + P313 Bei Exposition/falls betroffen: ärztl. Rat einholen

P391 verschüttete Mengen aufnehmen

Entsorgung: Sammelbeh. für Schwermetall-Salze

$PbSO_4$ - Blei(II)-sulfat: Gefahr

- H360Df kann Kind im Mutterleib schädigen, vermutl. Fruchtbarkeit schädigen
- H332 gesundheitsschädlich bei Einatmen
- H302 gesundheitsschädlich bei Verschlucken
- H373 kann Organe schädigen bei längerer Exposition
- H410 sehr giftig für Wasserorganismen mit langfr. Wirkung
- P201 vor Gebrauch des Anweisungsetiketten
- P261 Einatmen von Staub/Rauch/Gas/Aerosol vermeiden
- P273 Freisetzung in Umwelt vermeiden
- P304 + P340 Bei Einatmen: Die Person an fr. Luft bringen und für ungeh. Atmung sichern
- P312 Bei Unwohlsein Giftinformationszentrum / Arzt anrufen
- P308 + P313 Bei Expos. / falls betroffen: ärztl. Rat & erholen
- PSO1 Inhalt / Beh. einer unerwarteten Sammelstelle zuführen
- Entsorgung: Sammelstelle Schwermetall-Salze

$PbCrO_4$ - Blei(II)-chromat: Gefahr

- H350 kann Krebs erzeugen
- H360Df kann Kind im Mutterleib schädigen, vermutl. die Fruchtbarkeit beeinträchtigen
- H373 kann Organe schädigen bei längerer / wdh. Exposition
- H410 sehr giftig für Wasserorganismen mit langfr. Wirkung
- P201 vor Gebrauch des Anweisungsetiketten
- P273 Freisetzung in Umwelt vermeiden
- P308 + P313 Bei Exposition oder falls betroffen: ärztl. Rat erholen
- PSO1 Inhalt / Beh. einer unerwarteten Sammelstelle zuführen
- Entsorgung: Schwermetallsalze

Weinsäure ($C_4H_6O_6$): Gefahr

- H318 verursacht schwere Augenschäden
- P280 Augenschutz / Gesichtsschutz tragen
- P305 + P351 + P338 + P337 Bei Augenkontakt: Einige min. Schutzbrille mit Wasser spülen, Kontaktlinsen entf., weiter spülen, Giftinformationszentrum anrufen / Arzt anrufen
- Entsorgung: Sammelbehälter organische Feststoffe

CuS - Kupfer(II)-sulfid: keine Gefahr

Entsorgung: Schwermetallsalze

Bi_2S_3 - Bismut(III)-sulfid: Achtung

- H315 Verursacht Hautreizungen
- H319 Verursacht schwere Augenreizung
- H335 kann die Atemwege reizen
- P261 Einatmen von Dampf / Gas vermeiden
- P305 + P351 + P338 Bei Augenkontakt: einige min lang Schutzbrille mit Wasser spülen, Kontaktlinsen entfernen, weiter spülen
- Entsorgung: saure Schwermetallsalze

SnS - Zinn(II)-sulfid: Achtung

- H315 Verursacht Hautreizungen
- H319 Verursacht schwere Augenreizung
- H335 kann die Atemwege reizen
- P261 Einatmen von Dampf / Gas vermeiden
- P305 + P351 + P338 Bei Augenkontakt: einige min spülen, Kontaktlinsen entf., weiter spülen
- Entsorgung: saure Schwermetallsalze

Sb_2S_3 - Antimon(III)sulfid: **Achtung**

- H302 gesundheitsschädlich bei Verschlucken
- H332 " " Einatmen
- H411 giftig für Wasserorganismen, mit langfr. Wirkung
- P273 Freisetzung in Umwelt vermeiden
- Entsorgung: saure Schwermetalle

(1% LiOH, 5% KNO_3)-Lösung: **Gefahr**

→ LiOH - Lithiumhydroxid: **Gefahr**

- H302 Gesundheitsschädlich bei Verschlucken
- H314 verursacht schwere Verätzungen der Haut und schwere Augenschäden
- P280 Schutzhandschuhe, -kleidung, Augenschutz tragen
- P205 + P251 + P231 Bei Augenkontakt: einige min spülen, Kontaktlinsen entfernen, weiter spülen
- P302 + P361 + P353 Bei Hautberührung: alle kontam. Kleider sofort ausziehen, Haut mit Wasser waschen
- P304 + P330 + P331 Bei Verschlucken: Mund ausspülen, kein Erbrechen herbeiführen
- P310 sofort Giftinformationszentrum/Arzt anrufen

→ KNO_3 - Kaliumnitrat: **Achtung**

- H229 kann Brand verstärken, Oxidationsmittel
- P210 vor Hitze schützen
- P221 mischen mit brennbaren Stoffen unbedingt vermeiden

Entsorgung: mit HCl ansäuern, saure Schwermetalle

KI - Kaliumiodid: **Gefahr**

- H372 Schädigt die Schilddrüse bei längerer oder wiederholter Exposition durch Mundkontakt
- P314 bei Unwohlsein ärztl. Rat einholen
- Entsorgung: Sammelbehälter für Seltlösungen wenn pH-neutral (0-7),
Sammelbehälter für anorganische Feststoffe

BiI_3 - Bismuttriodid: **Gefahr**

- H314 verursacht schwere Verätzungen der Haut und schwere Augenschäden
- P280 Schutzhandschuhe, -kleidung, Augenschutz tragen
- P305 + P351 + P338 Bei Augenkontakt: einige min belüften mit Wasser spülen, Kontakt lsf., weiter spülen
- P310 sofort Giftinformationszentrum anrufen/Arzt anrufen
- Entsorgung: Schwermetallsalze, sauer

SnS_2 - Zinn(IV)sulfid: **keine Gefahr**

Entsorgung:

Sb_2S_5 - Antimon(V)-sulfid: **Gefahr**

- H228 Entzündbarer Feststoff
- H302 gesundheitsschädlich bei Verschlucken
- H332 " " Einatmen
- H411 giftig für Wasserorganismen, mit langfr. Wirkung
- P210 von Hitze und Zündquellen fernhalten, nicht rauchen
- P273 Freisetzung in Umwelt vermeiden
- Entsorgung: saure Schwermetalle

Fe - Eisen: keine Gefahr

Entsorgung: Feststoffabfälle

Sb - Antimon: Achtung

H351 kann verm. Krebs erzeugen

P201 vor Gebrauch besondere Anweisungen einholen

P202 vor Gebrauch Sicherheitshinweise lesen und verstehen

P308 + P312 Bei Exposition/falls Schaffen: ärztl. Rat einholen

Entsorgung: säure Schwermetallsalze

Sn - Zinn: Achtung

H319 verursacht schwere Augenreizung

H335 kann die Atemwege reizen

P305 + P351 + P338 bei Augenkontakt: einige min mit Wasser spülen, Kontaktlinsen entfernen, weiter spülen

Entsorgung: Schwermetallsalze / giftige anorg. Rückstände

→ löst Schwermetalle

Zn - Zink: Achtung

H410 sehr giftig für Wasserorganismen mit langfr. Wirkung

P273 Freisetzung in Umwelt vermeiden

Entsorgung: Schwermetallsalze / giftige anorg. Rückstände

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

Datum: 21. 8. 2019

Unterschrift:

10

VOLLANALYSE

Anionen: Cl^- , NO_3^- , SO_4^{2-} , CO_3^{2-} , S^{2-} , PO_4^{3-} (aus Analyse 1a)

Kationen: NH_4^+ , Na^+ , K^+ , Mg^{2+} , Ca^{2+} , Sr^{2+} , Ba^{2+} (aus Analyse 1b)

Ni^{2+} , Co^{2+} , Mn^{2+} , Zn^{2+} , Fe^{3+} , Al^{3+} , Cr^{3+} (aus Analyse II)

Ammoniumsulfidgruppe
 lösliche Gruppe
 Urotropingruppe

Pb^{2+} , Bi^{3+} , Cu^{2+} , Sb^{3+} , Sn^{2+} , Ag^+ (aus Analyse III)

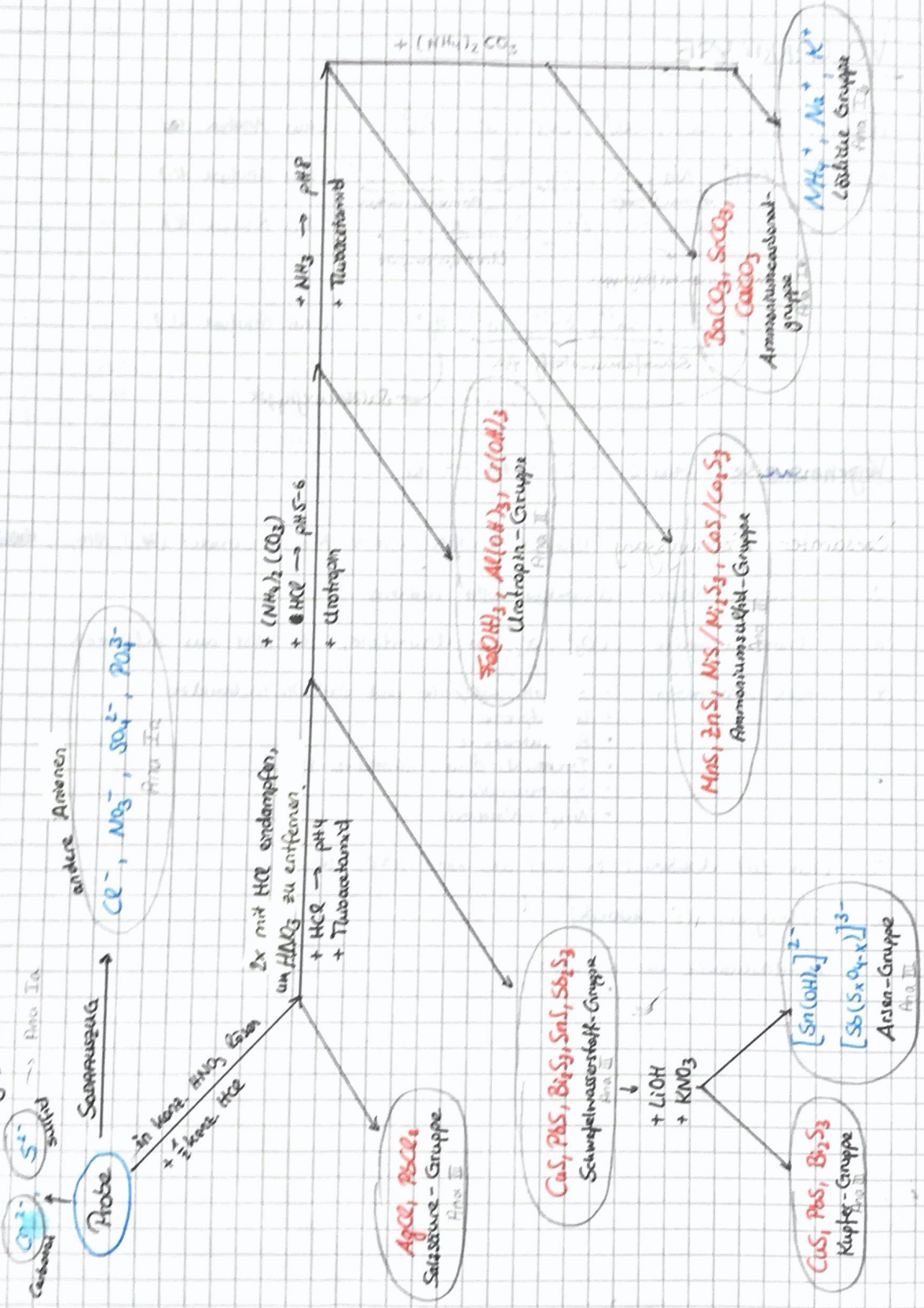
Schwefelwasserstoffgruppe

Salzsäuregruppe

Vorgehensweise: Ana 3 → 2 → 1b → 1a

1. Probe anschauen: Auffällige Kristalle? (Farbe, Form), Geruch? (H_2S , NH_3 , ..., Vorsicht)
2. Mischen, mörsern: Ursubstanz vollst. mörsern
3. Anionenachweise: CO_3^{2-} , S^{2-} aus Ursubstanz, der Rest aus Sodaaszug
4. Kationenvorproben:
 - Phosphorsalzperle und Oxidationsschmelze
 - Leuchtprobe
 - Bismutrotulose
 - Thénards Blau / Rinnmanns Grün
 - Spektroskopieren
 - NH_4^+ -Nachweis
5. (Teil der) Ursubstanz in verd. oder konz. HNO_3 lösen
6. Trennungsgang (s. Rückseite)
7. Einzelnachweise der Kationen

Gesamter Trennungsgang



VOLLANALYSE: Chemikalien

aus Analyse I:

Na_2CO_3
 HNO_3 verd.
 HNO_3 konz.
 AgNO_3 -Lsg.
 AgCl
 NH_3 (aq) verd.
 NH_3 (aq) konz.
 HCl verd.
 HCl konz.
 BaCl_2 -Lsg.
 BaSO_4
 H_2SO_4 (verd.)
 H_2SO_4 konz.
 FeSO_4 -Lsg.
 Ba(OH)_2 -Lsg.
 Ca(OH)_2

$(\text{NH}_4)\text{MgPO}_4$
 CO_2
 NH_4Cl
 MgCl_2
 $\text{Pb}(\text{H}_3\text{COO})_2$ -Lsg.
 PbS
 H_2S
 NaOH
Magneson
 CaCO_3
 SrCO_3
 Sr(OH)_2
 BaCO_3
 $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$
 CH_3COOH
 CH_3COONa

$\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ -Lsg.
 MgSO_4
 CaSO_4
 SrSO_4
 Mg(OH)_2
 Ba(OH)_2

aus Analyse 2:

C_6H_6
 CH_2O
 Fe(OH)_3
 Al(OH)_3
 KOH
 H_2O_2

$\text{MnO}_2/\text{Mn(OH)}_2$
Aceton
 Mn(OH)_2
Ethanol
 Fe(SCN)_3 -Lsg.
Diethylether
 $\text{Co(NO}_3)_2$ -Lsg.

$\text{NiS}/\text{Ni}_2\text{S}_3$
 PbO_2
 Co(SCN)_2
 CoAl_2O_4
 ZnCO_3
 ZnO
 CoO

TAA-Lsg.
 MnS
 $\text{CoS}/\text{Co}_2\text{S}_3$
Schwefel
Dimethylglyoxim

aus Analyse 3:

NaCl
 $\text{KNaC}_4\text{H}_4\text{O}_6$
Thioharnstoff
 Bi(OH)_3
 $(1\% \text{LiOH}, 5\% \text{RNO}_3)$ -Lsg.

Sb_2S_5
 Sn
 PbCl_2
 PbSO_4
 PbCrO_4

Weinsäure-Lsg.
 KI
 Fe
 Zn
 CuS

Bi_2S_3
 SnS
 Sb_2S_3
 SnS_2
 Sb

Ich habe die H- und P-Säure zu den o.g. Chemikalien verstanden und werde sie einhalten.

Karlsruhe, 13.9.19

OK

QUANTITATIVE ANALYSE: Titration, Gravimetrie

1) Herstellung der Titersubstanz

- **Direkt:**
 - richtige Masse der reinen Titersubstanz auswiegen, in Messkolben lösen
 - Lösung bei 20°C zur Marke auffüllen
 - alt.: Titerampullen direkt in Messkolben
- **Indirekt:**
 - entspr. Masse der Titersubstanz ungf. auswiegen, in Messkolben geben und lösen, Lösung bis zur Marke auffüllen
 - genaue Konz. durch Titration gegen Ur-titer-Substanz feststellen

Titerstellung

- titriere Maßlösung gegen eine genau bekannte Probesubstanz-Menge
- ⇒ HCl: 140mg Ca²⁺: 160mg Cu²⁺: 250mg Cl⁻: 140mg
- Maßlösung wird in 250ml Messkolben ausgegeben
- Probesubstanz verdünnen (250ml), gut schütteln
- 25ml Probelösung mit Vollpipette in Erlenmeyerk., geben und auf ca. 100ml verdünnen
- titrieren: ca. 8ml in Maßlösung tropfen
 - Burette mit ± 0,01ml Fehler
 - Tropfengröße 0,02-0,04ml
 - mehrmals wdh. (bis 9x) ⇒ Durchschnittswert
- genaue Konz. berechnen: $f_n = \frac{[Titersubstanz]_{ist}}{[Titersubstanz]_{soll}} \cdot \text{Titerfaktor}$ ✓

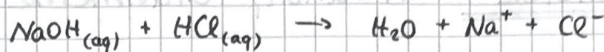
2) Säure-Base-Titration: HCl

- Wasser auskochen ⇒ CO₂-frei, sonst Störung $CO_2 + OH^- \rightarrow HCO_3^-$
 - NaOH-Maßlösung immer gut verschlossen halten!
- 1) HCl-Probe im Messkolben ^{auf} 250ml verdünnen, gut schütteln
 - 2) 25ml Probelös. mit Vollpipette in Erlenmeyerkolben, auf 100ml verdünnen, 2-3 Tr. Phenolphthalein
 - 3) titrieren unter ständigem Schwenken des Kolbens, bis Rosafärbung des Indicators **Amin** besteht
 ⇒ weißes Blatt unter Kolben bleibt.

$$mol(HCl) = mol(NaOH) = vol(Maßlsg.) \cdot [NaOH]_{Maßlsg.}$$

$$g(HCl) = mol(HCl) \cdot M(HCl) = mol(HCl) \cdot 36,46 \frac{g}{mol}$$

Hier reagiert HCl mit NaOH (Neutralisation):



$$K_w = [\text{H}_3\text{O}^+][\text{OH}^-] = 10^{-14} \frac{\text{mol}}{\text{l}}, \quad pK_w = -\log_{10}(K_w) = 14$$

$$\text{pH} = -\log_{10}[\text{H}^+]$$

Umschlagspunkt von Phenolphthalein liegt bei $\text{pH} \approx 8$

3) Gravimetrie: Ni^{2+} als $[\text{Ni}(\text{Hdmg})_2]$

- 1) Glasfildertiegel in konz. HCl waschen, mit H_2O spülen, im Ofen bei 120°C trocknen. Im Exsikkator abkühlen lassen, wiegen.
 Nachmal 30 min Ofen \Rightarrow Gewichtskonstanz?
 \hookrightarrow Aufbewahren im Exsikkator
 2h
- 2) 250ml Messkolben mit Probe bis zur Markierung mit Wasser auffüllen und gut durchmischen.
- 3) mit Vollpipette je 25ml $\frac{1}{10}$ der Lösung in 2 Bechergläser (500ml)
- 4) beide Lösungen mit 2ml verd. HCl versetzen, mit dest. H_2O bis ca. 200ml verdünnen
- 5) 20-25 $\frac{\text{mol}}{\text{l}}$ NH_3 -Lsg. zusetzen bis $\text{pH} \approx 3-4$, erhitzen zum Sieden
- 6) Becherglas von Heizplatte nehmen, unter Rühren 25ml wässrige Natriumdihydroxyethylglyoximate-Lösung tropfenweise zugeben
- 7) NH_3 -Lsg. tropfenweise zugeben $\rightarrow \text{pH} \approx 8$, 10 min rühren
- 8) Niederschlag sehen lassen, 0,5 Natriumdihydroxyethylglyoximate-Lsg. zugeben, Prüfe vollst. Fällung, 30 min
 warum stehen lassen
- 9) Niederschlag über Glasfildertiegel dekantierend unter geringem Unterdruck filtrieren (Wasserstrahlpumpe)
 - Tiegel immer nur bis zur Hälfte füllen
 - Niederschlagsreste mit Filtrat in Tiegel
 - Niederschlag soll bis kurz vor Ende mit Flüssigkeit bedeckt bleiben
 - mit 10ml warmem \rightarrow mit 20ml kaltem Wasser waschen
- 10) Niederschlag im Tiegel im Ofen bei $110^\circ\text{C} - 120^\circ\text{C}$ trocknen
 - nach mind. 2h Tiegel im Exsikkator abkühlen lassen, wiegen
 - dann im Ofen in Intervallen von 30-45 min bis zur Gewichtskonstanz trocknen lassen
 - Waage sauber halten!

$$m(\text{Niederschlag}) = m(\text{Tiegel} + \text{Niederschlag}) - m(\text{leerer Tiegel})$$

Nimm Durchschnitt der 2 Niederschlagsmassen

$$m(\text{Ni}) = 10 \cdot 2 \cdot m(\text{Niederschlag}), \quad \lambda = 0,2302$$

Quantitative Analyse: Argentometrie, Iodometrie, Komplexometrie

4) Argentometrie (Cl^-)

- Cl^- -Probe in 250ml-Messkolben ausgegeben
- Probe auf 250ml mit dest. H_2O verdünnen, gut schütteln
- 25ml Probelsg. mit Vollpipette in Erlenmeyerkolben geben, auf 100ml mit ^{dest.} H_2O auffüllen
- pH-Wert zw. 6,5 und 7,2 einstellen mit NaHCO_3 und/oder HAc
- 2ml Indikatorlsg. ($0,3 \frac{\text{mol}}{\text{l}} \text{K}_2\text{CrO}_4$, Spektroskopieraum) zugeben

§ NICHT die K_2CrO_4 aus dem Labor nehmen! Ist angesäuert, enth. Cl^- ...

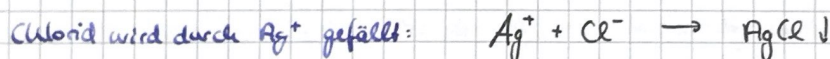
- Die Lösung mit AgNO_3 -Maßlsg. unter ständigem Umschwenken des EM-Kolbens LANGSAM bis zum Umschlag titrieren

▽ Fehler durch zu viel AgNO_3 -Zugabe. Dann wird die Farbe des Ag_2CrO_4 erkannt.

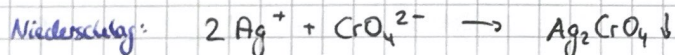
§ Fehler durch Dichromat als Indikator.

⇒ Das nach dem Endpunkt überschüssige Ag^+ reagiert mit CrO_4^{2-} , ein rotbrauner Niederschlag wird gebildet. (Soll)

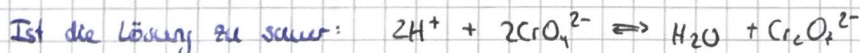
Was passiert?



Ist der Endpunkt überschritten, bildet Ag^+ mit Chromat einen rotbraunen



D.h. ein Fällungsverfahren mit K_2CrO_4 als Indikator



Ist die Lösung zu basisch: Ag_2O entsteht (bräunlich)

→ pH-Wert zwischen 6,5 und 7,2 einstellen (s.o.)

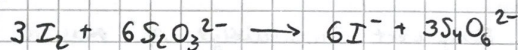
5) Iodometrie: Cu^{2+}

- Cu^{2+} -Probe wird in 250ml-Messkolben aufgefg.
- Indikatorlg. vorbereiten: 5 Spatelspitzen Stärke in halben Rggl. Wasser kochen
- Probe mit ausgekochtem (O_2 -freiem) destilliertem Wasser auf 250ml verdünnen, gut schütteln
- 25ml Probelsg. mit Vollpipette in einen Erlenmeyerkolben geben.
- 2g KI und 30ml verd. H_2SO_4 zugeben, auf 100ml mit dest. H_2O auffüllen
- Lsg mit Uhrglas zudecken und max. 1Min stehen lassen
- Mit $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ -Maplösung titrieren, zuerst ohne Indikator, bis die braune Iodfarbe nur noch schwach zu erkennen ist
- Dann einige Tropfen Stärkeindikator zugeben und blaue Lösung bis zum scharf erfolgender Umschlag ~~titrieren~~ titrieren. (tiefblau \rightarrow farblos)

Was passiert?

Cu^{2+} wird durch Iodid reduziert: $2\text{Cu}^{2+} + 4\text{I}^- \rightarrow \text{CuI}_2 + \text{I}_2$

Dann wird ~~das gebildete~~ ^{sich bildete} Iod mit Thioisulfat titriert:



⚠ O_2 -freies Wasser verwenden (ausgekochtes) verwenden, denn CuI und Thioisulfat werden durch O_2 oxidiert. ✓

Quantitative Analyse: 5) Komplexometrie (Ca²⁺, Mg²⁺)

Ca²⁺ und Mg²⁺ können in einer gemischten Probe bestimmt werden.

Bestimmung von Ca²⁺

Allg.: titriere die Probelösung (enthält rotes [Ca(CC)(H₂O)₄]²⁺) mit Na₂H₂Y.

Am Äquivalenzpunkt gibt es dann nur noch blaues (HCC)³⁺.

- Kolben usw. darf keine Kalkspuren enthalten!
- Ca²⁺/Mg²⁺-Probe wird in 250ml Messkolben aufgegeben.
- mit dest. Wasser auf 250ml auffüllen, gut schütteln
- 25g KOH in 100ml gekochtem (CO₂-freien) destilliertem Wasser lösen
- 25ml Probelsg. mit Vollpipette in EMkolben geben, 10ml KOH-Lsg. zugeben, auf 100ml mit dest. Wasser verdünnen
- Spatelspitze frische Calconcarbonsäureverreibung zugeben
- mit Na₂H₂Y-Mg/Lösung titrieren bis reinblau - nicht weiter!

Bestimmung von Mg²⁺ nach dem Ca²⁺-Äquivalenzpunkt

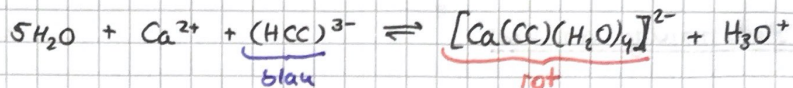
- 1ml 30% H₂O₂-Lösung zugeben, kochen bis alles farblos
- konz. HCl tropfenweise zugeben, bis der Mg(OH)₂-Niederschlag vollst. gelöst ist
- Puffer-Indikator-Tablette zugeben
- pH mit NH₃-Lsg. auf 10 einstellen
- mit Na₂H₂Y-Mg/Lösung titrieren bis grün
- + Titriplex-haltige Lösungen im Titriplex-Kanister entnehmen

Bestimmung von Ca²⁺/Mg²⁺ im Karlsruher Leitungswasser

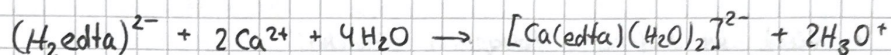
- 100ml aus Wasserhahn ungekocht mit Vollpipette in EMkolben
- 2,5g KOH zugeben, lösen
- folge schritten oben; Ca²⁺ → Mg²⁺ titrieren
- Ca²⁺ sollte ca. 5-6ml der Maßlsg. verbrauchen, Mg²⁺ < 1ml
- Pro Gruppe nur 1-2x titrieren

Was passiert?

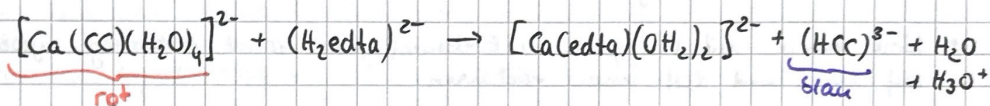
In der Probe: bildet Ca^{2+} mit dem blauen Trian-ion der Calciansäure einen roten Komplex:



Aber das Dinatriumsalz der Ethylendiamintetraessigsäure ($\text{Na}_2\text{H}_2\text{edta}$, „Timploxin“) bildet mit Ca^{2+} einen viel stabileren, farblosen Chelatkomplex:



D.h. Bestimmung von Ca^{2+} durch Titration mit $\text{Na}_2\text{H}_2\text{edta}$ ($\text{pH}=13$), mit „Calciumcarbonatverfärbung“ ($\text{H}_4\text{CC} + \text{NaCl}$ 1:100) als Indikator:



Bei $\text{pH} > 13$ fällt Mg^{2+} als unlösliches $\text{Mg}(\text{OH})_2$ aus. Dadurch stört Mg^{2+} die Ca^{2+} -Bestimmung nicht. \Rightarrow Bestimmung in einer Probe möglich! ✓

Quant-Analyse: Chemikalien

aus Ana.1: HCl, NH₃-Lsg., NaOH, AgNO₃, CO₂, K₂Cr₂O₇-Lsg., AgCl

aus Ana.3: KI

neue Chemikalien:

Na₂H₂(edta) - Titriplex III: Achtung

- H332 Gesundheitsschädlich bei Einatmen
- H373 kann Organe schädigen bei längerer Exposition
- P260 Dampf nicht einatmen
- Ents.: Titriplex - Kanister ✓

CuI - Kupferiodid: Gefahr

- H302 Gesundheitsschädlich bei Verschlucken
- H315 verursacht Hautreizungen
- H317 kann allerg. Hautreaktion verursachen
- H318 verursacht schwere Augenschäden
- H335 kann ~~atmen~~ Atemwege reizen
- H410 sehr giftig für Wasserorganismen mit langfr. Wirkung
- P280 Schutzhandschuhe / -kleidung, Augenschutz tragen
- P301 + P312 + P330 Bei Verschl.: bei Unwohlsein Giftinformationszentrum / Arzt anrufen. Mund ausspülen.
- P305 + P351 + P338 Bei Augenkont.: einige min mit Wasser spülen. Kontaktlinsen entf., weiter spülen.
- Ents.: saure Schwermetalle (ansäuern) ✓

Ag₂O - Silberoxid: Gefahr

- H271 kann Brand / Expl. verursachen, starkes Ox.-mittel
- H318 verursacht schwere Augenschäden
- H410 sehr giftig für Wasserorg. mit langfr. Wirkung
- P210 von Hitze / Feuer fernhalten, nicht rauchen
- P280 Augen / Gesichtsschutz tragen
- P305 + P351 + P338 + P310 Bei Augenkont.: Einige min mit Wasser spülen, KL entf., weiter spülen. Sofort Arzt / Giftinformationszentrum anrufen.
- P370 + P378 Bei Brand: Zum Löschen Trockensand / Trockeneis / alkh. beständiger Schaum verw.
- P371 + P380 + P375 Bei Großbrand: Umgebung räumen. Aus Expl.-gefahr Brand aus Entf. bekämpfen
- Entsorgung: ~~saure Schwermetalle~~ f ansäuern → asphalieren
mit HCl fällen

Ag₂CrO₄ - Silberchromat: Gefahr

- H222 kann Brand verstärken, Ox.-mittel
- H317 kann allerg. Reakt. verursachen
- H350i kann bei Einatmen Krebs erzeugen
- H410 sehr giftig für Wasserorganismen mit langfr. Wirkung
- P201 vor Gebrauch des Anw. erklären
- P273 Freisetzung in Umwelt verm.
- P280 Schutzhandschuhe tragen
- P308 + P313 Bei Exposition: ärztl. Rat einholen
- P501 + P502: Inh. / Behälter einer anerkannten Abfallentsorgungsanlage zuführen
- Entsorgung: mit Ethanol veredeln → saure Schwermetalle f
ansäuern → asphalieren

K_2CrO_4 - Kaliumchromat: Gefahr

- H 315 verursacht Hautreizung
- H 319 " schwere Augenreizung
- H 319 kann allerg. Hautreakt. verursachen
- H 335 kann Atemwege reizen
- H 340 kann genetische Defekte verursachen
- H 350: kann bei Einatmen Krebs erzeugen
- H 410 sehr giftig für Wasserorganismen mit langfr. Wirkung
- P 201 vor Gebrauch des. Anweisungen einholen
- P 280 Schutzhandschuhe tragen / Schutzkleidung / Augen- / Gesichtsschutz
- P 305 + P 351 + P 338 bei Augenkontakt: einige min mit Wasser spülen, KL entf., weiter spülen
- P 308 + P 313: bei Exposition: ärztl. Hilfe / Rat einholen
- Entsorgung: mit Ethanol verkochen → saure Schwermetalle ✓

Phenolphthalein: Gefahr

- H 314: kann verm. genetische Defekte verursachen
- H 350 kann Krebs erzeugen
- H 361DF kann verm. Fruchtbarkeit beeinträchtigen
- P 201 vor Gebrauch des. Anw. einholen
- P 280 Schutzhandschuhe tragen / Schutzkleidung / Augen- / Gesichtsschutz
- P 308 + P 313 bei Exposition: ärztl. Hilfe / Rat einholen
- Entsorgung: giftige erdalkalische Verbindungen ✓

$Na_2S_2O_3$ - Natriumthiosulfat: keine Gefahr

Ents.: saure Schwermetalle ✓

Ich habe die H- und P-Sätze zu den a.g. Chemicalien verstanden und werde sie einhalten.

19.9.19

Düchopradre

Entsorgung Ag^+

OK