

Inhalt

1	Arbeiten mit diesem Buch	1
1.1	Gefährdungsbeurteilung nach § 6 GefStoffV	1
1.2	Unterweisung nach § 14 GefStoffV	2
1.2.1	Sicherheitsunterweisung	2
1.2.2	Betriebsanweisung	3
1.3	Auszüge aus der Gefahrstoffverordnung	9
1.4	Sicherheitskennzeichen	13
1.4.1	Brandschutzzeichen	14
1.4.2	Rettungszeichen	15
1.4.3	Gebotszeichen	16
1.4.4	Verbotszeichen	17
1.5	Gefahrstoffkennzeichnung nach GHS	18
1.5.1	GHS-Piktogramme	19
1.5.2	Liste der H-Sätze	20
1.5.3	Liste der P-Sätze	22
1.6	Sachgerechte Entsorgung von Chemikalienabfällen	25
1.6.1	Lösemittel	25
1.6.2	Halogene	25
1.6.3	Säuren und Laugen	25
1.6.4	Schwermetalle	25
1.7	Bewertung der Versuchsergebnisse	26
2	Grundlegende Laboroperationen	29
2.1	Volumenmessung	29
2.1.1	Reinigung der Glasgeräte	31
2.1.2	Justierung auf Einguss (In) oder Ausguss (Ex)	31
2.1.3	Ablesung von Flüssigkeitsständen	32
2.1.4	Genauigkeitsklassen	33
2.1.5	Bezugstemperatur	33
2.1.6	Pipettierhilfen	33
2.2	Massenmessung	41
2.2.1	Summenformeln	41
2.2.2	Der Molbegriff: Atome an der Masse abzählen!	41
2.2.3	Gehaltsgrößen von Mischphasen	43
2.2.4	Historische Entwicklung der Wägetechnik	45
2.3	Beschreibung wichtiger Arbeitstechniken	48
2.3.1	Herstellen einer Lösung im Messkolben	50
2.3.2	Aliquotieren einer Lösung mit der Vollpipette	52
2.3.3	Titrieren bis zum Farbumschlag	54
2.3.4	Analysenfiltration mit Schnellauftrichtern	56
2.3.5	Vakuumfiltration	58
3	Quantitatives Praktikum, Teil 1	63
V01	Überprüfung der Messgeräte	64

V02	Dichtebestimmung eines Lösemittels im Pyknometer	66
V03	Herstellen einer Kochsalzlösung mit festgelegtem Massenanteil $\omega(\text{NaCl})$	69
V04	a) Verdünnen einer wässrigen Kochsalzlösung	71
	b) Verstärken einer wässrigen Kochsalzlösung	73
V05	pH-Wert-Messung verdünnter Säuren und Salzlösungen	76
V06	Titrationen starker und schwacher Säuren	80
V07	Herstellen einer titerbekannten Natronlauge, $\check{c}(\frac{1}{1} \text{NaOH}) = 0.1 \text{ mol/l}$	84
V08	Gehaltsbestimmung einer Salzsäure	89
V09	Bestimmung von Oxalsäure-dihydrat	91
V10	Herstellen einer titerbekannten Salzsäure, $\check{c}(\frac{1}{1} \text{HCl}) = 0.1 \text{ mol/l}$	93
V11	Gehaltsbestimmung einer Natronlauge	98
V12	Bestimmung von Calciumcarbonat mittels Rücktitration	100
V13	Herstellen einer titerbekannten Schwefelsäure, $\check{c}(\frac{1}{2} \text{H}_2\text{SO}_4) = 0.1 \text{ mol/l}$	103
V14	Gehaltsbestimmung einer Kalilauge	108
V15	Gehaltsbestimmung einer Essigsäure	110
V16	Gehaltsbestimmung einer Phosphorsäure	113
V17	Bestimmung der Säurezahl einer wasserlöslichen, organischen Säure	117
V18	Herstellen einer titerbekannten Kaliumpermanganatlösung, $\check{c}(\frac{1}{5} \text{KMnO}_4) = 0.1 \text{ mol/l}$	120
V19	Bestimmung von Eisen in schwefelsaurer Lösung	124
V20	Herstellen einer titerbekannten Natriumthiosulfatlösung, $\check{c}(\frac{1}{1} \text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0.1 \text{ mol/l}$	128
V21	Bestimmung von Kupfer nach HAËN-LOW	132
V22	Bestimmung von Ascorbinsäure	136
4	Quantitative Analyse, Teil 2	139
V23	Kalibrierung der Volumenmessgeräte (DIN 4787)	140
V24	Bestimmung von Chlorid nach FAJANS	145
V25	Gravimetrische Bestimmung von Barium als Bariumsulfat	151
V26	Gravimetrische Bestimmung von Eisen als Eisen(III)-oxid	155
V27	Gravimetrische Bestimmung von Kupfer als Kupferanthranilat	158
V28	Gravimetrische Bestimmung von Zink als Ammoniumzinkphosphat	161
V29	Komplexometrische Bestimmung von Kupfer mit Chromazurol S	165
V30	Komplexometrische Bestimmung von Calcium mit Eriochromschwarz T	168
V31	Komplexometrische Bestimmung von Aluminium mit Xylenolorange	171
V32	Komplexometrische Bestimmung von Mangan mit katalytischem Endpunkt	174
V33	Bestimmung von Antimontrioxid	177
V34	Bestimmung von Mangandioxid im Braunstein	181
V35	Bestimmung von Natriumnitrit nach LUNGE	185
V36	Bestimmung von Glycerin durch die Oxidation zu Ameisensäure	189
V37	a) Gravimetrische Bestimmung von Siliciumdioxid im Zement (DIN 1164)	193
	b) Bestimmung von Eisen(III)-oxid im Zement (DIN 1164)	196
V38	Bestimmung von Eisen im Eisenerz	199
V39	Bestimmung von Mangan im Stahl nach SMITH	203
V40	Bestimmung von Chrom im Stahl nach PHILIPS	206
V41	Stickstoffbestimmung nach KJELDAHL	209
V42	Bestimmung von Kupfer mittels kathodischer Abscheidung	214
5	Qualitatives Praktikum, Teil 1	219
V43	Gasbrenner und Glasbearbeitung	221
V44	Flammenfärbungen der Alkali- und Erdalkalimetalle	223
V45	Einzelnachweise wichtiger Anionen	228
V46	Trennung der Halogenide Chlorid, Bromid und Iodid	239
V47	Einzelnachweise wichtiger Kationen	244
V48	Mikroreaktionen anorganischer Ionen unter dem Mikroskop	250

V49	Herstellung von Tetraamminkupfer(II)-sulfat-monohydrat, $[\text{Cu}(\text{NH}_3)_4]\text{SO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$	253
V50	Herstellung von Ammonium Eisen(II)-sulfat-hexahydrat, $(\text{NH}_4)_2[\text{Fe}(\text{H}_2\text{O})_6](\text{SO}_4)_2$	258
V51	a) Herstellung von Kaliumtris(oxalato)ferrat(III)-trihydrat, $\text{K}_3[\text{Fe}(\text{C}_2\text{O}_4)_3] \cdot 3\text{H}_2\text{O}$	262
	b) Fotometrische Bestimmung von Fe^{II} als Phenanthrolinchelate	266
V52	Herstellung von Tris(acetylacetonato)aluminium(III), $[\text{Al}(\text{acac})_3]$	269
6	Qualitatives Praktikum, Teil 2	273
6.1	Einführung	273
6.2	Probenvorbereitung	274
6.2.1	Homogenisieren	274
6.2.2	Substanzmenge	274
6.2.3	Löseversuche	275
6.3	Vorproben	275
6.3.1	Farbigkeit der Ursubstanz	275
6.3.2	Flammenfärbung	278
6.3.3	Phosphorsalzperle	282
6.3.4	Bismutnutsche	283
6.3.5	MARSHsche Probe	283
6.4	Kationentrennungsgang	285
6.4.1	Vorbemerkungen	285
6.4.2	Salzsäuregruppe	287
6.4.3	KIPPScher Apparat zur Entwicklung von Schwefelwasserstoff	290
6.4.4	Schwefelwasserstoffgruppe	291
6.4.5	Ammoniumsulfidgruppe	295
6.4.6	Ammoniumcarbonatgruppe und Rest	300
6.4.7	Übersichtstabellen	303
6.5	Anionenanalyse	306
6.5.1	Nachweise aus der Ursubstanz	306
6.5.2	Nachweise im Sodauszug	306
6.6	Zusammenstellung der Reaktionsgleichungen	311
6.6.1	Reaktionsgleichungen zu den Vorproben	311
6.6.2	Reaktionsgleichungen zur Salzsäuregruppe	312
6.6.3	Reaktionsgleichungen zur Schwefelwasserstoffgruppe	313
6.6.4	Reaktionsgleichungen zur Ammoniumsulfidgruppe	315
6.6.5	Reaktionsgleichungen zur Ammoniumcarbonatgruppe	317
6.6.6	Reaktionsgleichungen zu den Anionen	318
7	Trennverfahren	319
V53	Eindampfen von Meerwasser zur Bestimmung des Salzgehaltes	320
V54	Mischbarkeit organischer Lösemittel mit Wasser	322
V55	Extraktion einer Methylrotlösung im Scheidetrichter	325
V56	Destillation von Ethylacetat zur Rückgewinnung aus der Methylrotlösung	330
V57	Destillation von Wein zur Bestimmung des Alkoholgehaltes	333
V58	Trennung eines Alkoholgemisches mittels (Kolonnen-)destillation	337
V59	Extraktion einer Ölsaure im Soxhlet-Extraktor	342
V60	Schmelzpunktdepression durch Verunreinigungen	346
V61	Umfällen von verunreinigter Benzoesäure	350
V62	Umkristallisieren von verunreinigtem Dibenzalacetone	353
V63	Adsorption von Vesuvine an Aktivkohle	356

V64	Trennung von Mischindikatoren mittels Dünnschichtchromatografie	359
V65	Isolierung von Eugenol aus Gewürznelken.....	363
8	Anhang	369
8.1	Materiallisten	370
8.1.1	Quantitatives Praktikum	370
8.1.2	Qualitatives Praktikum.....	375
8.1.3	Trennverfahren	381
8.2	Tabellen.....	384
8.2.1	Gehaltsangaben gebäuchlicher Säuren und Basen.....	384
8.2.2	Dichte wässriger Natriumchloridlösungen	385
8.2.3	Brechungsindex wässriger Natriumchloridlösungen	386
8.2.4	Umschlagsbereiche von pH-Indikatoren.....	387
8.2.5	Rückhaltevermögen von Filterpapieren	388
8.2.6	Schmelzpunktkonversionstabelle	389
8.3	Einwaagebereiche für die quantitativen Analysen	390
	Literaturempfehlungen	393
	Periodensystem der Elemente	395