



Universität zu Köln
Institut für Anorganische Chemie
Greinstraße 6
50939 Köln

Chemisches Grundpraktikum
„Allgemeine Chemie“
„Quantitativ analytischer Teil“
Teil des Moduls MN-C-AIC

Inhalt

Literatur	3
Allgemeines	3
Umgang mit Chemikalien	6
Bedienungsanleitung für die Analysenwaagen	7
Aufgabenübersicht und Zeitplan	8
Anleitungen zu den einzelnen Aufgaben	11
Anhang: Sicherheitsangaben zu den verwendeten Chemikalien	35

-Gefahrensymbole und ihre Bedeutung

-R-Sätze

-S-Sätze

- Ausstehende Säuren und Basen

- Maßlösungen und Indikatoren

- Weitere Chemikalien

Literatur

- Lux-Fichtner
„Quantitative Anorganische Analyse – Leitfaden zum Praktikum“
9. Auflage, Springer-Verlag 1992; **Preis: 49,95 €**
- Jander-Jahr
„Maßanalyse“
18. Auflage, Walter de Gruyter-Verlag 2012; **Preis: 26,95 €**
- Küster-Thiel
„Rechentafeln für die Chemische Analytik“
105. Auflage, Walter de Gruyter-Verlag; **Preis: 34,95 €**
- Nylén-Wigren Joppien
„Einführung in die Stöchiometrie“
19. Auflage, Steinkopf-Verlag 1996; **Preis: 29,95 €**
- Kunze-Schwedt
„Grundlagen der quantitativen Analyse“
6. Auflage, Wiley-VCH 2009; **Preis: 42,90 €**
- Jander/Blasius
„Anorganische Chemie II – Quantitative Analyse & Präparate“
16. Auflage, Hirzel-Verlag 2011; **Preis: 33,50 €**

Allgemeines

Der quantitativ-analytische Teil des Anorganisch-chemischen Grundpraktikums I findet im WS 2014/15 in der Zeit vom

13. April 2015 bis zum 29. April 2015

statt. Während des gesamten Praktikums besteht **Anwesenheitspflicht**.

Die Praktikumszeiten sind wie folgt festgelegt:

Montag von 12 - 18 Uhr

Dienstag von 12 - 18 Uhr

Mittwoch von 11 - 18 Uhr

Freitag von 12 - 18 Uhr

Seminar:

Zur Vorbereitung auf den quantitativ-analytischen Teil des Praktikums findet ein Seminar zu den unten angegebenen Zeiten statt. Für dieses Seminar besteht **Anwesenheitspflicht (!)**, da es ein integraler Teil des Praktikums ist.

WS 14/15!!! Montags 8-10 Uhr, HS 3, (Dozent: Dr. Ionescu)

12.01.2015,
19.01.2015,
26.01.2015,
02.02.2015,

Innerhalb der vorgegebenen Zeit sind insgesamt 13 analytische Aufgaben zu bearbeiten. Für jede ausgegebene Analysenprobe ist nur **eine (!)** Abgabe möglich. Bei falschen Ergebnissen (0 Punkte) ist jeweils eine Wiederholung mit einer neuen Probe erforderlich.

Die Arbeitstage zur Durchführung von Aufgaben sind festgelegt (siehe **Zeitplan** Praktikumsskript). Zu Beginn eines jeden Praktikumstages erfolgt eine kurze Einführung durch den jeweiligen Assistenten. Seien Sie also bitte pünktlich!!!!!!!

Der Quantitative Teil des Praktikums gilt als abgeschlossen, wenn innerhalb der vorgegebenen Zeit **alle Aufgaben bearbeitet** und vom Assistenten abgezeichnet wurden; außerdem müssen zum **Bestehen des Praktikums** mindestens die Hälfte der maximal erreichbaren Punktzahl (**20 von 40**) sowie für **jede Aufgabe mindestens 1 Punkt** erreicht werden.

Benötigte Zusatzgeräte:

(ca. 28 Euro, Sammelbestellung (günstiger) VWR, Herr Küchenberg)
je 2 Bechergläser, hohe Form (600, 400 mL)
2 Porzellantiegel
4 Glasstäbe, rundgeschmolzen
6 Glashäkchen
1 Ionenbesen

Protokolle:

Während des gesamten Praktikums ist ein Laborjournal zu führen, in das alle Beobachtungen und Ergebnisse gemäß unten stehender Musterauswertung einzutragen sind. Jede Aufgabe wird nach ordnungsgemäßer Durchführung und Vorlage des Laborjournals vom Praktikumsassistenten abgezeichnet.

Musterauswertung:

Beispiel: Manganometrische Bestimmung von Eisen nach Reinhardt-Zimmermann

1. Titerbestimmung der $KMnO_4$ -Maßlösung

Reaktionsgleichung:



Verwendete Formel:

$$c(MnO_4^-) = \frac{\frac{2}{5} \cdot \frac{m}{M}(C_2O_4^{2-})}{V(MnO_4^-)}$$

Eingesetzte Werte:

$$M(Na_2C_2O_4^{2-}) = 134,01 \frac{g}{mol}$$

Abgewogene Masse ($Na_2C_2O_4^{2-}$) [mg]	verbrauchtes Volumen ($KMnO_4^-$) [ml]	Berechnete Konzentration $c(MnO_4^-)$ [mol/l]
$m_1 = 100,7$	$V_1 = 16,6$	$c_1 = 0,01870$
$m_2 = 104,0$	$V_2 = 16,1$	$c_2 = 0,01867$
$m_3 = 97,3$	$V_3 = 15,4$	$c_3 = 0,01886$

$$\bar{c} = 0,01874 \text{ mol/l} \quad \text{Titer } t = \frac{c_{ist}}{c_{soll}} \quad t = 0,937$$

2. Bestimmung des Fe-Gehalts der Probe

Reaktionsgleichung



Verwendete Formel:

$$m(Fe^{2+}) = 4 \cdot 5 \cdot c(MnO_4^-) \cdot t \cdot V(MnO_4^-) \cdot M(Fe^{2+})$$

Eingesetzte Werte:

$$M(Fe^{2+}) = 55,845 \frac{g}{mol}$$

verbrauchtes Volumen ($KMnO_4^-$) [ml]
$V_1 = 14,0$
$V_2 = 13,6$
$V_3 = 14,1$

$$\bar{V} = 13,9 \text{ ml}$$

$$m(Fe^{2+}) = 4 \cdot 5 \cdot 0,02 \frac{mol}{l} \cdot 0,937 \cdot 0,0139 l \cdot 55,845 \frac{g}{mol} = 290,94 \text{ mg}$$

Antwortsatz: In der Probe Nr. 4 befinden sich 290,94 mg Eisen.

Bewertung der Aufgaben:

Für das Ansetzen der Maßlösungen werden keine Punkte vergeben (Aufgabe 1, 8 und 9).
(Die Sorgfalt ist entscheidend für die Genauigkeit der damit durchgeführten Analysen!!)

Die Bewertung der Bestimmungen erfolgt nach dem folgenden Punktsystem:

Punkte pro Bestandteil einer Analysenprobe:

Wert innerhalb der inneren Fehlergrenze liegend:	4 Punkte
Wert innerhalb der mittleren Fehlergrenze liegend:	2 Punkte
Wert innerhalb der äußeren Fehlergrenze liegend:	1 Punkt
Wert außerhalb dieser Fehlergrenzen liegend	0 Punkte

Umgang mit Chemikalien

Die im Rahmen des Praktikums verwendeten Chemikalien sind als Gefahrstoffe anzusehen, mit denen ihren Gefährlichkeitsmerkmalen entsprechend umzugehen ist. Aus diesem Grund ist es erforderlich, dass Sie sich vor jedem Versuch anhand des vorliegenden Skripts über die Eigenschaften der verwendeten Chemikalien informieren.

Das Skript enthält für die 13 Aufgaben des quantitativ analytischen Teils des Praktikums die entsprechenden Angaben, insbesondere die Entsorgungsvorschriften.

Im Anhang des Skripts finden Sie Listen der verwendeten Chemikalien mit den jeweiligen Sicherheitsdaten sowie Listen mit der Bedeutung der Gefahrensymbole und Abkürzungen der R- und S- Sätze.

Entsorgung von Laborabfällen:

Bei der Entsorgung der anfallenden Substanzen ist folgendes zu beachten:

- Lösungen, die wassergefährdende Stoffe – insbesondere Schwermetalle – enthalten,
- stark sauer oder stark alkalische Lösungen,
- feste Rückstände und Niederschläge
- Reste von organischen Lösungsmitteln

dürfen unter keinen Umständen ins Abwasser bzw. in den Abfalleimer gelangen!!!

Zur korrekten Entsorgung stehen geeignete Sammelbehälter aus:

• Für Flüssigkeiten:

Die oben angegebenen anorganischen Lösungen werden vorsichtig in die Sammelbehälter gegeben. Bei stark sauren oder alkalischen Lösungen ist besondere Vorsicht bei der Zugabe erforderlich. **In jedem Fall soll die Abfallmenge so klein wie möglich gehalten werden!!**

• Für Feststoffe:

Feststoffe werden in die Sammelbehälter für feste Schwermetallabfälle gegeben. Schwach alkalische oder saure Lösungen, die keine Schwermetalle oder sonstige wassergefährdende Stoffe enthalten, können mit Wasser in die Ausgüsse entsorgt werden. Stärker saure oder alkalische Lösungen müssen dafür vorher weitgehend neutralisiert werden.

Bedienungsanleitung für die Analysenwaagen

Erklärung der Hebel und Knöpfe

- **Links hinten:** Arretierhebel
 - Stellung 0: Die Waage ist arretiert
 - Stellung 1: Die Waage ist teilweise entarretiert
 - Stellung 2: Die Waage ist vollständig entarretiert
- **Links vorne:** Knöpfe zum Einstellen der Gewichte im Bereich 1 – 199 g
- **Rechts hinten:** Knopf zum Nachjustieren des Nullpunktes
- **Rechts vorne:** Knopf zum Einstellen der Gewichte im Bereich 0,0001 g – 0,0009g

Wiegen eines Tiegels

- Die Waagschale ist leer, die Schiebefenster sind geschlossen.
- Die Gewichtsanzeige muss auf 0,000 g stehen.
- Den Arretierhebel langsam in Stellung 2 bringen (die rote Lampe brennt). Den Nullpunkt kontrollieren und eventuell mit dem Knopf rechts hinten nachjustieren.
- Den Arretierhebel langsam in Stellung 0 bringen.
- Das Schiebefenster öffnen, den Tiegel (mit einer Zange) auf die Waagschale stellen und das Schiebefenster wieder schließen.
- Den Arretierhebel langsam in Stellung 1 bringen.
- Mit den Drehknöpfen links vorne die Gewichte auflegen. Beginnen Sie dabei mit einem Gewicht, welches größer ist als das des Tiegels, verringern Sie dann das Gewicht in Schritten von jeweils 1 g bis das Wort „Tara“ auf der Leuchtskala verschwindet.
- Den Arretierhebel langsam in Stellung 2 bringen. Die rote Lampe brennt.
- Den Knopf rechts vorne soweit drehen bis der schwarze Strich am rechten Rand der Leuchtskala in der Mitte eines hellen Striches steht.
- Das eingestellte Gewicht ablesen und ins Protokollheft eintragen.
- Den Arretierhebel langsam in Stellung 0 bringen.
- Gewichtsanzeige auf 0,0000 g zurückdrehen.

- Das Schiebefenster öffnen, den Tiegel herausnehmen, das Schiebefenster wieder schließen.

Aufgabenübersicht

Während jeder laufender Woche sollen bereits für die Aufgaben der folgenden Woche die Tiegel vorbereitet werden und die erforderlichen Reagenzlösungen angesetzt werden (siehe auch Zeitplan).

Teil 1: Maßanalyse I und optische Methoden

- Aufg. 1: Ansetzen einer ca. 0,1 N NaOH-Maßlösung durch Einwaage und anschließende Faktorbestimmung durch Titration einer H₂SO₄-Lösung mit bekanntem Gehalt.
- Aufg. 2: Bestimmung von H₃PO₄ mit 0,1 N NaOH-Maßlösung; Aufnahme der Titrationskurve mit Hilfe eines pH-Meters.
Fehlergrenze: ± 1,5 %: 4 Pkt, ± 2,5 %: 2 Pkt, ± 3,5 %: 1 Pkt
- Aufg. 3: Bestimmung von Na⁺ mit 0,1 N NaOH-Maßlösung nach Behandlung mit einem Kationentauscher.
Fehlergrenze: ± 1,5 %: 4 Pkt, ± 2,5 %: 2 Pkt, ± 3,5 %: 1 Pkt
- Aufg. 4: Optische Methoden: Fe³⁺ photometrisch als rotes Fe(SCN)₃
Fehlergrenze: ± 5,0 %: 4 Pkt, ± 7,0 %: 2 Pkt, ± 10,0 %: 1 Pkt

Teil 2: Gravimetrie

- Aufg. 5: Bestimmung von Fe³⁺ als Fe₂O₃
Fehlergrenze: ± 2,0 %: 4 Pkt, ± 2,5 %: 2 Pkt, ± 3,5 %: 1 Pkt
- Aufg. 6: Bestimmung von Al³⁺ als Hydroxychinolat Al(oxin)₃
Fehlergrenze: ± 2,0 %: 4 Pkt, ± 3,0 %: 2 Pkt, ± 4,0 %: 1 Pkt
- Aufg. 7: Bestimmung von Cu²⁺ durch Elektrolyse
Fehlergrenze: ± 1,5 %: 4 Pkt, ± 2,0 %: 2 Pkt, ± 3,0 %: 1 Pkt

Teil 3: Maßanalyse II

Aufg. 8: Ansetzen einer Maßlösung durch direkte Einwaage
0,1 N AgNO₃-Maßlösung
0,05 M EDTA-Maßlösung

Aufg. 9: Ansetzen einer Maßlösung mit Faktorbestimmung:
0,1 N KMnO₄-Maßlösung, Faktorbestimmung mit Na₂C₂O₄
0,1 N Na₂S₂O₃-Maßlösung, Faktorbestimmung mit KIO₃

Aufg. 10: Bestimmung von Cl⁻ mit AgNO₃-Maßlösung nach Mohr
Fehlergrenze: ± 1,5 %: 4 Pkt, ± 2,0 %: 2 Pkt, ± 3,0 %: 1 Pkt

Aufg. 11: Bestimmung von Zn²⁺ mit EDTA-Maßlösung
Fehlergrenze: ± 1,0 %: 4 Pkt, ± 1,5 %: 2 Pkt, ± 4,0 %: 1 Pkt

Aufg. 12: Bestimmung von Fe²⁺ in salzsaurer Lösung aus einem festen Fe(II)-Salz mit
KMnO₄-Maßlösung nach dem Verfahren von Reinhardt-Zimmermann
Fehlergrenze: ± 2,0 %: 4 Pkt, ± 3,0 %: 2 Pkt, ± 4,0 %: 1 Pkt

Aufg. 13: Bestimmung von Cu²⁺ mit Na₂S₂O₃-Maßlösung
Fehlergrenze: ± 2,0 %: 4 Pkt, ± 3,0 %: 2 Pkt, ± 4,0 %: 1 Pkt

Zeitplan SS 2015

Mo, 13. Apr ab 12 Uhr	a) Aufgabe 1: Ansetzen einer 0,1 N Natronlauge b) Aufgabe 9: II. Ansetzen einer 0,1 N $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ -Maßlösung c) Aufgabe 6: 2 Glasfrittiegel 1D4, bei 120 – 130 °C trocknen und wiegen
Di. 14. Apr ab 12 Uhr	a) Aufgabe 5: 2 Porzellantiegel, bei 800 – 900 °C im Muffelofen glühen und nach dem Erkalten wiegen b) Labor 201: Aufgabe 2: Bestimmung von Phosphorsäure (H_3PO_4), Endpunktsbestimmung mit Hilfe eines pH-Meters b) Labor 202: Aufgabe 3: Natriumbestimmung nach Kationenaustausch
Mi. 15. Apr ab 11 Uhr	a) Aufgabe 6: Gravimetrische Bestimmung von Aluminium
Fr. 17. Apr ab 12 Uhr	a) Aufgabe 8: I. Ansetzen einer 0,1 N AgNO_3 -Maßlösung b) Aufgabe 10: Argentometrische Bestimmung von Chlorid nach Mohr
Mo. 20. Apr ab 12 Uhr	a) Labor 201: Aufgabe 7: Gravimetrische Bestimmung von Kupfer a) Labor 202: Aufgabe 2: Bestimmung von Phosphorsäure (H_3PO_4), Endpunktsbestimmung mit Hilfe eines pH-Meters
Di. 21. Apr ab 12 Uhr	a) Aufgabe 5: Gravimetrische Bestimmung von Eisen
Mi. 22. Apr ab 11 Uhr	a) Aufgabe 8: II. Ansetzen einer 0,05 M EDTA-Maßlösung b) Aufgabe 11: Komplexometrische (chelatometrische) Bestimmung von Zink c) Aufgabe 9: I. Ansetzen einer 0,1 N KMnO_4 -Maßlösung
Fr. 24. Apr ab 12 Uhr	a) Labor 201: Aufgabe 4: Photometrische Eisenbestimmung a) Labor 202: Aufgabe 7: Gravimetrische Bestimmung von Kupfer
Mo. 27. Apr ab 12 Uhr	a) Aufgabe 12: Manganometrische Bestimmung von Eisen nach Reinhardt-Zimmermann
Di. 28. Apr ab 12 Uhr	a) Aufgabe 13: Iodometrische Bestimmung von Kupfer
Mi. 29. Apr ab 11 Uhr	a) Labor 201: Aufgabe 3: Natriumbestimmung nach Kationenaustausch a) Labor 202: Aufgabe 4: Photometrische Eisenbestimmung

Vorlesungsbeginn 07. April 2015

Vorlesungsende 17. Juli 2015

Vorbesprechung/Sicherheitsbelehrung 08. April 2015, 13-15 Uhr, HS I

Anleitungen zu den einzelnen Aufgaben

Aufgabe 1: Ansetzen einer 0,1 N Natronlauge

Diese Aufgabe führen Sie in Zweiergruppen durch!!!

Benötigte Chemikalien und Geräte:

- ca. 2,5 g NaOH (p. a.)
- ca. 500 mL frisch ausgekochtes und wieder abgekühltes Wasser
- 1 Plastikflasche, Enghals, 500 mL, mit Schraubverschluss
- H₂SO₄-Lösung mit bekanntem Gehalt (Ausgabe durch den Assistenten)
- einige Tropfen Methylrot (Indikator)

Arbeitsvorschrift:

Ansetzen der ca. 0.1 N NaOH-Lösung:

Wiegen Sie in einem kleinen Becherglas ca. 2,5 g NaOH (p. a.) auf der Laborwaage schnell ab, dann spülen Sie die NaOH-Plätzchen sofort mit wenig Wasser ab (die NaHCO₃- bzw. Na₂CO₃-Verunreinigung an der Oberfläche wird gelöst). Anschließend spülen Sie die Plätzchen in eine Plastikflasche und füllen die Flasche sofort ganz mit dem ausgekochten Wasser (Volumen ca. 500 mL). Die Flasche wird zugeschraubt und zum Abkühlen unter gelegentlichem Umschütteln stehen gelassen.

Die so erhaltene NaOH-Lösung ist ca. 0,1 normal.

Bestimmung des Faktors (Titers):

Sie erhalten dafür vom Assistenten eine H₂SO₄-Maßlösung mit bekanntem Gehalt.

Zur Faktorbestimmung werden drei Proben á 15 mL H₂SO₄ aus einer Bürette in je einen 250 mL Erlenmeyerkolben gegeben, mit Wasser auf etwa 100 mL verdünnt und dann nach Zugabe von einigen Tropfen Methylrot mit der einzustellenden ca. 0,1 N NaOH-Lösung bis zum Farbumschlag von Rot nach Gelb titriert. Der Verbrauch bei dieser Titration beträgt V(NaOH) mL.

Zur Auswertung wird der Faktor der NaOH-Maßlösung durch den Verbrauch der ca. 0,1 N NaOH-Maßlösung nach dem üblichen Verfahren (s. Jander/Jahr oder Lux/Fichtner) berechnet. Warum ist es dabei unerheblich, dass die Schwefelsäure eine zweibasige Säure, die Natronlauge hingegen eine einsäurige Base ist?

Entsorgung:

Die austitrierten Lösungen können mit Wasser im Ausguss weggespült werden.

Aufgabe 2: Bestimmung von Phosphorsäure (H₃PO₄), Endpunktbestimmung mit Hilfe eines pH-Meters

Benötigte Chemikalien und Geräte:

- eingestellte 0,1 N NaOH-Maßlösung (Aufgabe 1)
- 1 pH-Meter mit Stativ und Magnetrührer (Ausgabe durch den Assistenten)
- 1 Rührfisch (Ausgabe durch den Assistenten)
- 1 DIN A4 Bogen Millimeterpapier (selbst mitbringen)

Arbeitsvorschrift:

Durchführung der Titration:

Die gesamte erhaltene Analysensubstanz wird in ein 250 mL Becherglas gespült (Kolben gut nachspülen). Nach Zugabe eines Rührfisches und Verdünnen auf ca. 150 mL wird die Versuchsanordnung gemäß der Abbildung 1 aufgebaut. Vor dem Eintauchen der Einstabmesselektrode des pH-Meters wird diese vorsichtig mit Wasser abgespritzt.

Nach Einschalten des Magnetrührers und des pH-Meters wird mit der Titration begonnen (während der Titration kein Wasser mehr zugeben!):

insgesamt zugegebene Menge in mL der ca. 0,1 N NaOH	Ermittlung des pH-Wertes
0,00 mL	„AUTO READ“ Taste drücken (hinter dem Zahlenwert blinkt ein Segment oder das Symbol „AR“) pH-Wert ablesen und notieren (z. B. 1,97)
1,00 mL	„MODE RUN“ Taste kurz antippen (nicht länger drücken) „...“ erscheint nach 20 – 30 Sekunden kann der stabile pH-Wert abgelesen werden (Segment o. „AR“ muss blinken), den pH-Wert notieren (z. B. 2,07)
usw.	usw.

Wenn die Differenzen zwischen den abgelesenen pH-Werten größer werden, wird die Menge der zugegebenen NaOH schrittweise verkleinert (erst Schritte von 0,5 mL, dann von 0,2 mL, dann 0,1 mL). Wenn die Differenzen der abgelesenen pH-Werte wieder kleiner werden, kann die in einem Schritt zugegebene Menge an NaOH wieder vergrößert werden. Die Titration ist beendet, wenn der pH-Wert der Lösung nach dem zweiten pH-Sprung praktisch konstant ist (siehe Abb. 2). Nach Beendigung der Titration wird das pH-Meter ausgeschaltet, und die Elektrode aus der Lösung genommen, mit Wasser abgespritzt, mit Zellstoff trocken getupft und in die 3 M KCl-Lösung getaucht oder mit der Verschlusskappe verschlossen. Diese Elektrode darf zwischen den einzelnen Bestimmungen nie trocken aufbewahrt werden, sie muss immer in die 3 M KCl-Lösung

eingetaucht bzw. mit der vorhandenen Schutzkappe, welche eine 3 M KCl-Lösung enthält, verschlossen werden.

Es kann zu einzelnen Abweichungen in dem Kurvenverlauf kommen, wenn der pH-Wert genau dann abgelesen wird, wenn die Lauge hinzuge tropft wird. Das führt zu einem Ausschlag nach oben, da sich die Lauge nicht schnell genug verteilen kann.

Auswertung:

Die Titrationskurve wird auf Millimeterpapier gezeichnet, wobei folgender Maßstab verwendet wird:

x-Achse: 1 cm für 1 mL **y-Achse:** 1 cm für 1 pH-Einheit

Man erhält eine Titrationskurve mit zwei Wendepunkten (Neutralisation des 1. bzw. des 2. Protons der Phosphorsäure). Die zu den beiden Wendepunkten gehörenden mL-Zahlen werden möglichst genau graphisch ermittelt und daraus der H_3PO_4 -Gehalt berechnet.

Zur Auswertung bestimmen sie die beiden Faktoren, die mit $a \cdot F(\text{NaOH})$ beziehungsweise $b \cdot F(\text{NaOH})$ multipliziert die Masse der Phosphorsäure ergeben.

Entsorgung:

Die austitrierte Lösung kann mit Wasser im Ausguss weggespült werden.

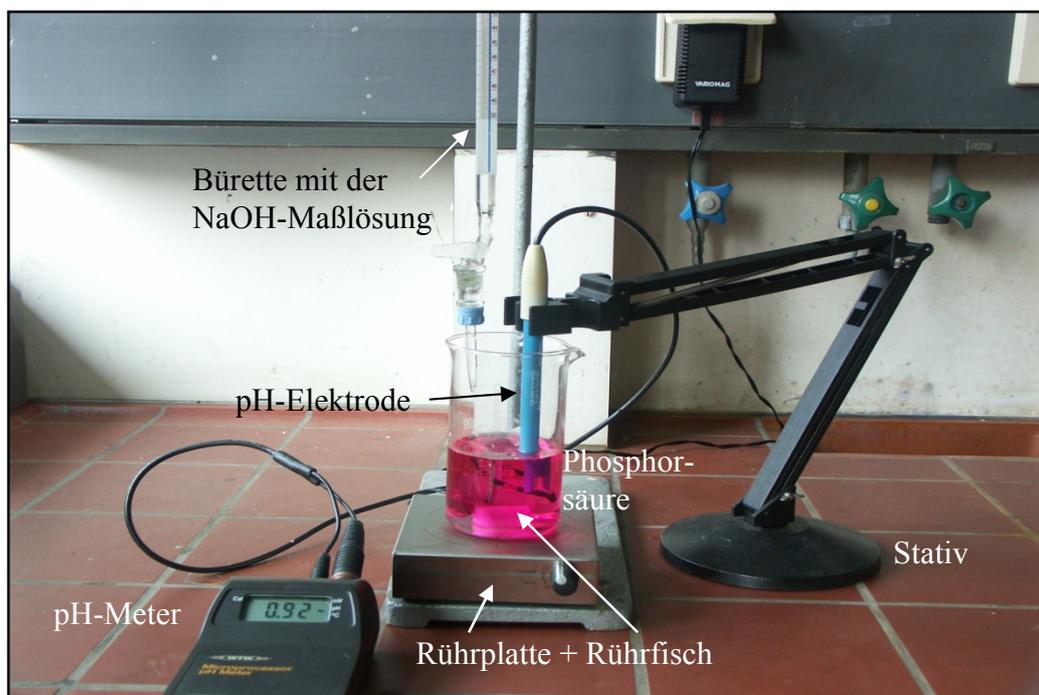


Abbildung 1: Darstellung der Versuchsanordnung.

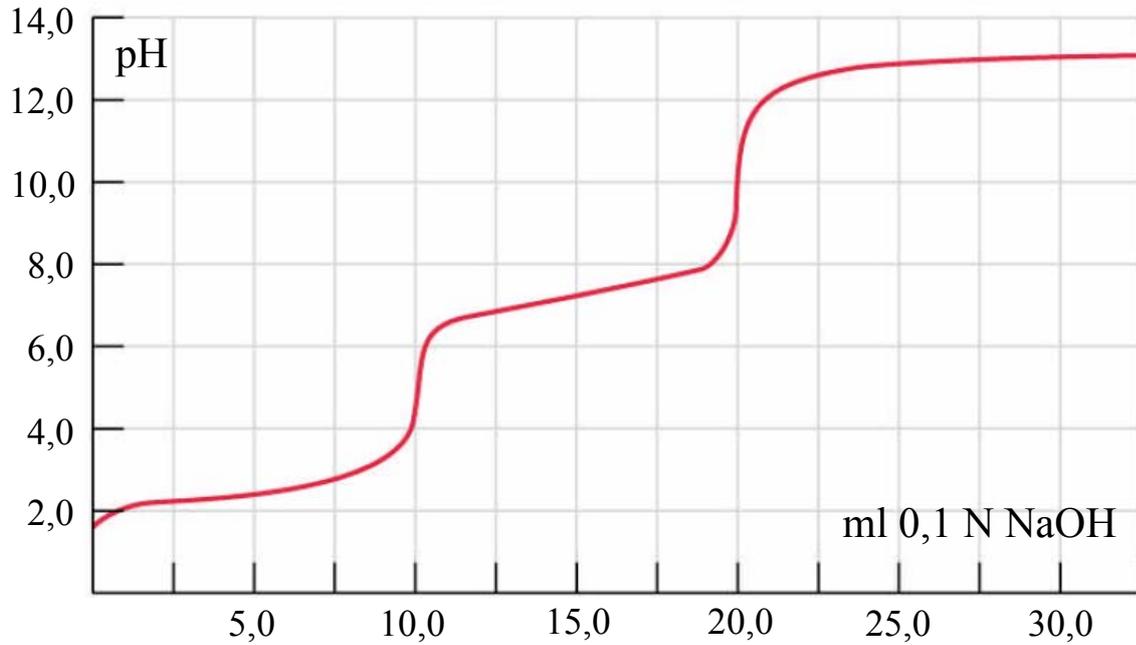


Abbildung 2: Verlauf der Titrationskurve von Phosphorsäure.

Fragen zur Versuchsvorbereitung:

- 1) Ortho-Phosphorsäure ist eine „3-wertige“ Säure, wie ist dieser Begriff anhand einer Reaktionsgleichung zu erklären?
- 2) Was ist ein Äquivalenzpunkt?
- 3) Im Titrationskurvenverlauf sind 2 Äquivalenzpunkte zu sehen; ist es möglich noch den dritten Punkt zu erreichen? Wenn ja/neinwarum?
- 4) Was versteht man unter einer Puffer-Lösung und einer Neutralisation?

Aufgabe 3: Natriumbestimmung nach Kationenaustausch

Benötigte Chemikalien und Geräte (in Zweiergruppen):

- 1 Ionenaustauschersäule gefüllt mit dem Kationenaustauscherharz „Lewatit S 100“ (Ausgabe durch den Assistenten)
- hergestellte 0,1 N NaOH-Maßlösung (Aufgabe 1)
- einige Tropfen Methylrot (Indikator)
- 1 Liter einer ca. 3 M Salzsäure zum Regenerieren des Ionenaustauschers (330 mL konz. Salzsäure werden auf 1 L verdünnt – erst das Wasser, dann die Säure...)

Durchführung:

Regeneration der Säule:

Lassen Sie 500 mL 3 M Salzsäure durch Ihre Ionenaustauschersäule laufen. Stellen Sie die Tropfgeschwindigkeit so ein, dass die Salzsäure binnen 15 bis 20 Minuten durchläuft. Anschließend lassen Sie solange VE-Wasser durch die Säule laufen, bis der pH-Wert der durchgelaufenen Flüssigkeit wieder dem des zugegebenen VE-Wassers entspricht. *Auf dem Harz befindet sich etwas Glaswolle, diese soll verhindern, dass die Harzkügelchen beim Befüllen der Säule aufgewirbelt werden. Die Wolle wird evtl. aufschwimmen. In diesem Fall muss diese mit einem Glasstab nach unten gedrückt werden, bis sich keine Gasblasen mehr an der Wolle befinden und sie auf dem Harz liegen bleibt.*

Durchführung zur Na⁺-Stoffmengenbestimmung:

Lassen Sie das Wasser in der Säule bis kurz über der Watte ab (*das Harz darf nie trocken werden – ggf. Assistenten benachrichtigen*). Anschließend geben Sie mit einer Vollpipette 25 mL der auf 100 mL verdünnten Analysensubstanz in die Säule. Öffnen Sie den Hahn der Säule und fangen die Flüssigkeit in einem Becherglas oder Erlenmeyerkolben mit einem Fassungsvermögen von min. 300 bis 350 mL auf. Lassen Sie Ihre Analysensubstanz zunächst langsam ab, bis kurz über die Watte (*langsame Tropfgeschwindigkeit!*). Wiederholen Sie dies nun mit kleinen Portionen VE-Wasser, bis Sie ca. 150 bis 200 mL Flüssigkeit aufgefangen haben. Nun können Sie größere Portionen VE-Wasser auf die Säule geben und die Tropfgeschwindigkeit erhöhen. Fangen Sie insgesamt 200 bis 250 mL Flüssigkeit auf. *Da die vorhandenen Natriumionen gegen Protonen ausgetauscht werden, läuft eine verdünnte Säure ab.* Testen Sie nun den pH-Wert der frisch durchgetropften Flüssigkeit, nicht vorher und auch nicht von der aufgefangenen Flüssigkeit, da sonst Säure und somit Analysensubstanz verschleppt werden könnte! Wenn der pH-Wert der nun durchgelaufenen Flüssigkeit wieder dem des zugegebenen VE-Wassers entspricht, kann die aufgefangene Flüssigkeit titriert werden. Geben Sie hierzu einige Tropfen Methylrot zu der aufgefangenen Flüssigkeit und titrieren

dann mit 0,1 N NaOH bis zum Farbumschlag nach gelb. Die nächste Portion Analysensubstanz kann sogleich auf die Säule gegeben werden. Die frisch regenerierte Säule ist für bis zu vier Portionen Analysensubstanz ausgelegt. Nach Versuchsabschluss muss die Säule wieder mit 500 mL 3 M Salzsäure regeneriert werden, die Vorratskugel gut mit VE-Wasser gefüllt und mit Parafilm® verschlossen werden. Achten Sie außerdem darauf, dass der Hahn richtig zuge dreht ist.

Eine häufige Fehlerquelle bei diesem Versuch ist ein falsch bestimmter Titer der NaOH-Lösung (Aufgabe 1). Überprüfen Sie noch mal Ihre Rechnung und wiederholen Sie vielleicht sogar die Titerbestimmung.

Auswertung:

Bestimmen Sie die in der Analysenlösung vorhandene Stoffmenge an Natriumionen, die dem Äquivalent an Protonen nach dem Ionenaustausch entspricht.

Entsorgung:

Alle Abfälle von diesem Versuch können mit Wasser im Waschbecken weggespült werden.

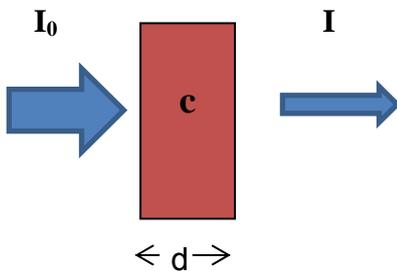
Fragen zur Versuchsvorbereitung (ggf. Seminarunterlagen nutzen):

- Wie funktionieren der Ionenaustauschprozess und die Regeneration (*Reaktionsgleichung!*)? Woraus bestehen die Harze?
- Wieso müssen Sie VE-Wasser benutzen? Warum geht kein Leitungswasser?
- Weshalb dürfen Sie insbesondere beim Durchlaufen der Analysensubstanz keine schnelle Tropfgeschwindigkeit verwenden?
- Wozu werden Ionenaustauscher verwendet?
- Die von Ihnen angewendete Regeneration ist eine Gleichstromregeneration. Wieso ist eine Gegenstromregeneration besser?

Aufgabe 4: Optische Methoden

Photometrische Eisenbestimmung

Prinzip: Messung der Absorption (Extinktion) im UV/vis-Bereich



$$I = I_0 \cdot e^{-\epsilon \cdot c \cdot d}$$

$$E = \log \frac{I_0}{I} = \epsilon \cdot c \cdot d$$

Lambert-Beersches Gesetz

$\left. \begin{array}{l} I = \text{Lichtintensität} \\ c = \text{Konzentration} \\ d = \text{Schichtdicke} \\ \epsilon = \text{dekadischer Extinktionskoeffizient} \\ E = \text{Extinktion} \end{array} \right\}$

Arbeitsvorschrift:

Benötigte Chemikalien und Geräte (pro Gruppe):

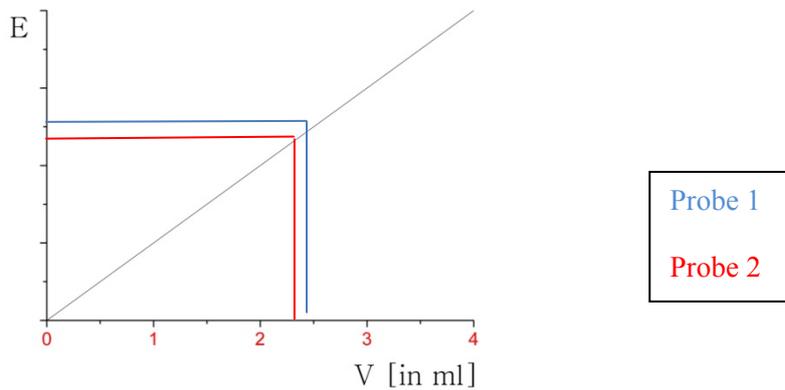
- 400 mL 30%ige KSCN-Lösung
- 1 DIN A4 Bogen Millimeterpapier

Ausgabe durch Assistenten:

- 20-25 mL einer Eisenlösung mit bekanntem Gehalt
- 1 Photometer
- 1 Küvette
- 1 Bürette 10 mL
- 8 Messkolben à 50 mL

Aufnahme der Kalibriergeraden:

Eine Kalibriergerade wird erstellt, indem zunächst die Extinktion (bei 500 nm) von acht Eichlösungen unterschiedlichen Eisengehalts (s. Tabelle) gemessen werden. Aus diesen acht Werten wird die Kalibriergerade gezeichnet, wobei auf der x-Achse der vorhandene Eisengehalt (mL Fe^{3+}) und auf der y-Achse die Extinktion der Lösung aufgetragen werden (s. Abb. unten). Die Gerade geht durch den Nullpunkt. Jeder zeichnet bitte eine eigene Eichgerade (im Querformat).



Ansetzen der Eichlösungen:

In einen 50 mL-Kolben gibt man mithilfe der 10 mL-Bürette die unten angegebene mL-Zahl der ausgegebenen Vergleichslösung. Dazu gibt man mithilfe der 10 mL-Messpipette 10 mL einer 30%igen KSCN-Lösung, verdünnt mit Wasser bis zur Marke, schüttelt um und schaut auf die Uhr. Nach 12 Minuten wird die Extinktion gemessen. Es wird **sofort** der erste Wert abgelesen.

Um zu erreichen, dass die Eichgerade durch den Ursprung geht, muss nach dem Einsetzen der Eichlösung Nr. 1 in das Photometer die Extinktion auf Null (Zero) gesetzt werden.

Eichlösung Nr.	Fe-Vergleichslösung	30%ige KSCN-Lösung	Wasser
1	0,00 mL	10 mL	bis 50 mL
2	0,50 mL	10 mL	bis 50 mL
3	1,00 mL	10 mL	bis 50 mL
4	1,50 mL	10 mL	bis 50 mL
5	2,00 mL	10 mL	bis 50 mL
6	2,50 mL	10 mL	bis 50 mL
7	3,00 mL	10 mL	bis 50 mL
8	3,50 mL	10 mL	bis 50 mL
9	4,00 mL	10 mL	bis 50 mL

Durchführung der Analyse:

Jeder pipettiert in zwei 50mL-Messkolben je 25 mL seiner auf 100 mL aufgefüllten Analysensubstanz. Dazu werden jeweils 10 mL 30%ige KSCN-Lösung gegeben. Es wird mit Wasser bis zur Marke aufgefüllt, umgeschüttelt und nach 12 Minuten die Extinktion gemessen.

Achtung:

Die Extinktion der Lösung ist etwas von der Zeit abhängig, daher muss die Wartezeit zwischen der Zugabe der KSCN-Lösung und der Messung bei allen Proben exakt gleich sein!

Achten Sie darauf, dass die Küvette richtig herum eingesetzt wird und dass sich keine Luftblasen im Strahlengang befinden. Die Küvette darf nur mit dest. Wasser gespült und auf Apura ausgeklopft werden.

Auswertung:

Der zur gemessenen Extinktion gehörende Eisengehalt wird aus der aufgenommenen Kalibriergeraden abgelesen. Zeichnen Sie die Werte jeder Probe in den Graphen ein (s. o.).

Entsorgung:

Der Rest der Analysensubstanz und alle bei der Bearbeitung dieser Analyse anfallenden Lösungen können mit wenig Wasser in den *Kanister für schwermetallhaltige Lösungen* gespült werden.

Fragen zur Versuchsvorbereitung:

- Wie ist es möglich, dass Sie den Eisengehalt Ihrer Analysensubstanz bestimmen können, ohne d und ϵ zu kennen?
- Wie lässt sich die stoffspezifische Konstante ϵ bestimmen?
- Warum dürfen Sie die Küvette nicht wechseln?
- Weshalb dürfen Sie für Ihre eigene Probe (auch für mögliche Nachsubstanzen) nur die gruppeninterne KSCN-Lösung nehmen?
- Welche(r) Eisenkomplex(e) liegt/liegen in der wässrigen Vergleichslösung und welche(r) nach Zugabe der KSCN-Lösung vor?
- Warum wird bei 500 nm die Extinktion gemessen?
- Was ist Ursache der intensiven roten Farbe?

Aufgabe 5: Gravimetrische Bestimmung von Eisen

Diese Aufgabe führen Sie in 4-er-Gruppen (werden vom Assistenten festgelegt) durch!!!

Benötigte Chemikalien und Geräte für 2 Proben:

- halbkonz. Ammoniak
- 2 g $(\text{NH}_4)\text{Cl}$
- heißes Wasser, dem einige Körnchen $(\text{NH}_4)\text{NO}_3$ zugesetzt wurde
- 2 Schwarzbandfilter (Assistent!!!)
- 2 Porzellantiegel, bei 800 – 900 °C im Muffelofen geglüht. (Die etwas abgekühlten Tiegel werden bis zur vollständigen Abkühlung in einen Exsikkator gestellt und dann gewogen.)
- einige Tropfen AgNO_3 -Lösung

Arbeitsvorschrift: (s. *Lux/Fichtner*)

Fällen, Abfiltrieren und Auswaschen von $\text{Fe}(\text{OH})_3$:

Die ausgegebene Analysenprobe enthält bereits dreiwertiges Eisen, es muss also nicht mehr oxidiert werden. Weiterhin ist die Analysesubstanz bereits angesäuert!

25 mL der auf 100 mL aufgefüllten Analysenlösung werden in einem 400 mL Becherglas auf etwa 200 mL verdünnt. Nach Zugabe von etwa 1 g $(\text{NH}_4)\text{Cl}$ wird das Eisen in der fast bis zum Sieden erhitzten Lösung mit halbkonz. Ammoniak gefällt, nach dem Absitzen heiß über ein Schwarzbandfilter filtriert und mit $(\text{NH}_4)\text{NO}_3$ -haltigem heißem Wasser chloridfrei gewaschen.

Überführung des Niederschlages in die Wägeform Fe_2O_3 :

Der Filter mit dem Niederschlag wird in einem Porzellantiegel bei möglichst niedriger Temperatur verascht, der Ruß wird dann durch Schrägstellen des Tiegels mit etwas größerer Flamme weggebrannt (Veraschungsprozess nachzulesen im *Lux/Fichtner*). Dann wird der Tiegel etwa 15 min. im Muffelofen bei 800 – 900 °C geglüht. Anschließend wird der etwas abgekühlte Tiegel bis zur vollständigen Abkühlung in einen Exsikkator gestellt. Der heiße Rückstand ist schwarz, er muss in der Kälte rotbraun werden.

Auswaage:

Der vollständig abgekühlte Tiegel wird ausgewogen, erneut geglüht und dann wieder gewogen (*evtl. Wiederholung bis zur Gewichtskonstanz*).

Auswertung:

Berechnen Sie den Faktor, wie viel mg Eisen sich in einem mg Fe_2O_3 befinden. Mit diesem Faktor multiplizieren Sie dann die Auswaage Ihres Niederschlages und erhalten die Menge an Eisen.

Entsorgung:

Der Rest der Analysenlösung wird in den Sammelbehälter für Schwermetalle gegeben. Das erste ammoniakalische Filtrat wird neutralisiert und im Waschbecken mit Wasser weggespült.

Das Waschwasser kann in den Ausguss gegeben werden.

Der Niederschlag von Fe_2O_3 wird in den Sammelbehälter für Schwermetalle gegeben.

Vorbereitung:

Kolloidale Lösungen

Aufgabe 6: Gravimetrische Bestimmung von Aluminium

Diese Aufgabe führen Sie in 2-er-Gruppen durch!!!

Benötigte Chemikalien und Geräte für 2 Proben:

- 15 mL essigsäure Oxinlösung
[1 g 8-Hydroxychinolin (Oxin) werden unter schwachem Erwärmen in 4 mL Eisessig gelöst und mit Wasser auf 15 mL verdünnt]
- 80 mL 15 %-ige $(\text{NH}_4)\text{CH}_3\text{COO}$ -Lösung
- verd. Salzsäure
- 2 Glasfiliertiegel 1D4, getrocknet bei 120 – 130 °C und gewogen, (im Exsikkator lagern)

Arbeitsvorschrift:

Fällung von $\text{Al}(\text{Oxin})_3$:

25 mL der auf 100 mL aufgefüllten, bereits schwach mineral-sauren Analysensubstanz werden in einem 400 mL Becherglas auf 100 mL verdünnt und auf ca. 70 °C erwärmt. Zu der heißen Lösung gibt man 7,5 mL essigsäure Oxinlösung. Anschließend gibt man sehr langsam (!) unter Rühren eine 15 %-ige Ammoniumacetatlösung zu, wobei sich der Niederschlag bildet. Zur Vervollständigung der Fällung werden weitere ca. 25 mL der 15 %-igen Ammoniumacetatlösung zugegeben. Der grünlichgelbe Niederschlag setzt sich gut ab, die überstehende Lösung ist durch überschüssiges Oxin gelb gefärbt. Nach etwa einer Stunde wird der Niederschlag durch einen 1D4-Glasfiliertiegel abfiltriert. Der Niederschlag wird mit heißem Wasser in kleinen Portionen (ohne Zusätze) sehr gründlich gewaschen.

Achtung:

- Achten Sie auf den pH-Wert nach Zugabe der Pufferlösung.
- Achten Sie darauf, dass Ihr Glasfiliertiegel die geforderte Porengröße 4 (siehe Aufschrift) hat.

Trocknen des Niederschlags:

Der Niederschlag wird 1 bis 2 Stunden bei 120 – 130 °C getrocknet.

Auswaage:

Der im Exsikkator abgekühlte Tiegel wird gewogen. Dann wird erneut ½ Stunde getrocknet, abgekühlt und gewogen (*evtl. Wiederholung bis zur Gewichtskonstanz*).

Auswertung:

Berechnen Sie den Anteil des Aluminiums in $\text{Al}(\text{C}_9\text{H}_6\text{NO})_3$ ($\equiv \text{Al}(\text{Oxin})_3$)

Reinigung der Filtertiegel:

Der Niederschlag wird mechanisch aus dem Filtertiegel entfernt. Dann wird der Filtertiegel mit wenig verdünnter Salzsäure unter Durchsaugen gereinigt und mit Wasser nachgewaschen.

Entsorgung:

- Der Rest der Analysesubstanz kann mit Wasser weggespült werden.
- Das erste Filtrat der Aluminiumfällung kommt in den *Behälter für Schwermetallabfälle*.
- Das Waschwasser kann in den Ausguss gegeben werden.
- Der $\text{Al}(\text{Oxin})_3$ -Niederschlag kommt in den *Behälter für Schwermetallabfälle*.
- Die beim Reinigen der Filtertiegel anfallende saure Oxin-haltige Lösung kommt in den *Behälter für Schwermetallabfälle*.

Vorbereitung:

Erklären Sie pH-Abhängigkeit der Fällung von $\text{Al}(\text{Oxin})_3$.

Aufgabe 7: Gravimetrische Bestimmung von Kupfer

Diese Aufgabe führen Sie in 2-er-Gruppen durch!!!

Benötigte Chemikalien und Geräte für 2 Proben:

- 6 mL konz. Schwefelsäure
- ca. 150 mL konz. Salpetersäure*
- ca. 150 mL Ethanol (p. a.)
- 1 Paar Pt-Elektroden (Ausgabe durch den Assistenten)
- 1 Rührfisch (Ausgabe durch den Assistenten)
- 1 durchgeschnittenes Uhrglas (Ausgabe durch den Assistenten)

*kann für mehrere Bestimmungen verwendet werden (untereinander weitergeben)

Arbeitsvorschrift:

Achtung: Die Platinelektroden dürfen nur mit fettfreien Fingern und nur am Haltegriff angefasst werden, denn an verunreinigten (fettigen) Stellen scheidet sich kein Metall ab.

Vorbereitungen:

Die Netzelektrode aus Platin wird durch Eintauchen in heiße konzentrierte Salpetersäure und anschließendes Abspülen mit VE-Wasser gereinigt. (Diese Salpetersäure für die Schlussreinigung aufheben!) Dann wird die Netzelektrode kurz in Ethanol (sauber!!! sonst ist die Kupfer-Abscheidung gestört) getaucht. Zum Vertreiben des Alkohols wird diese Elektrode anschließend auf einem Uhrglas kurz in den Trockenschrank gelegt (120 - 130 °C). Nach dem Abkühlen auf dem Uhrglas (nicht im Exsikkator) wird sie gewogen.

Kupferabscheidung durch Elektrolyse:

25 mL der auf 100 mL aufgefüllten Analysenprobe werden in einem hohen 150 mL Becherglas mit Wasser auf 100 mL verdünnt und mit 3 mL konz. Schwefelsäure versetzt. Nach Zugabe eines Rührfisches wird die Kupferlösung mit Hilfe des Bunsenbrenners bis fast zum Sieden erwärmt. Die heiße Probe wird dann auf das Elektrolysestativ gestellt. Die Platinelektroden werden mit Hilfe der Kontaktklemmen am Elektrolysestativ befestigt (das Netz als Kathode, die Spirale in der Mitte des Netzes als Anode) und die Spannung am Netzgerät auf 2 Volt eingestellt. Der Magnetrührer wird eingeschaltet und die Elektroden soweit in die Lösung eingetaucht, dass das Platinnetz noch etwa 1 cm aus der Lösung herausragt. Das Becherglas wird mit zwei Uhrglashälften zugedeckt. Es wird bei 2 Volt elektrolysiert, bis die Lösung farblos geworden ist. Dann werden ohne Stromunterbrechung die Uhrglashälften und der obere Rand des Becherglases mit Wasser abgespritzt, wodurch der bisher noch nicht verkupferter Teil der Kathode in die Lösung eintaucht. Es wird weiter elektrolysiert; die Elektrolyse ist beendet, wenn sich innerhalb von 15 min. kein Kupfer mehr an den blanken Stellen der Netzelektrode abscheidet.

Nachdem die Kupferabscheidung beendet ist, hebt man die Elektroden ohne Stromunterbrechung aus der Lösung und spritzt sie mit Wasser ab. Erst dann wird der Strom unterbrochen. Die Elektroden werden aus den Kontaktklemmen gelöst. Die verkupferte Kathode wird gründlich mit Wasser abgespült, in Ethanol getaucht und im Trockenschrank getrocknet (120 – 130 °C). Der Kupferüberzug soll hellrot metallisch aussehen.

Auswaage:

Nach dem Abkühlen auf einem Uhrglas (nicht im Exsikkator) wird die verkupferte Elektrode gewogen.

Achtung: Diese bei der ersten Bestimmung verkupferte Netzelektrode kann sofort für die zweite (Kontroll)bestimmung verwendet werden, ohne dass das Kupfer heruntergelöst wird.

Auswertung:

Die abgeschiedene Kupfermenge ergibt sich jeweils aus der Gewichtszunahme der Elektrode.

Reinigung der verkupferten Elektrode:

Die Netzelektrode wird unter dem Abzug mit heißer konz. Salpetersäure, die bereits vor Beginn der Elektrolyse (s. Vorbereitung) verwendet wurde, vom Kupfer befreit. Dann wird mit Wasser und Ethanol gereinigt und im Trockenschrank getrocknet.

Entsorgung:

Der Rest der Analysensubstanz wird in den *Behälter für Schwermetallabfälle* gegeben.

Der kupferfreie Elektrolyt wird weitgehend neutralisiert und in den Ausguss gegeben.

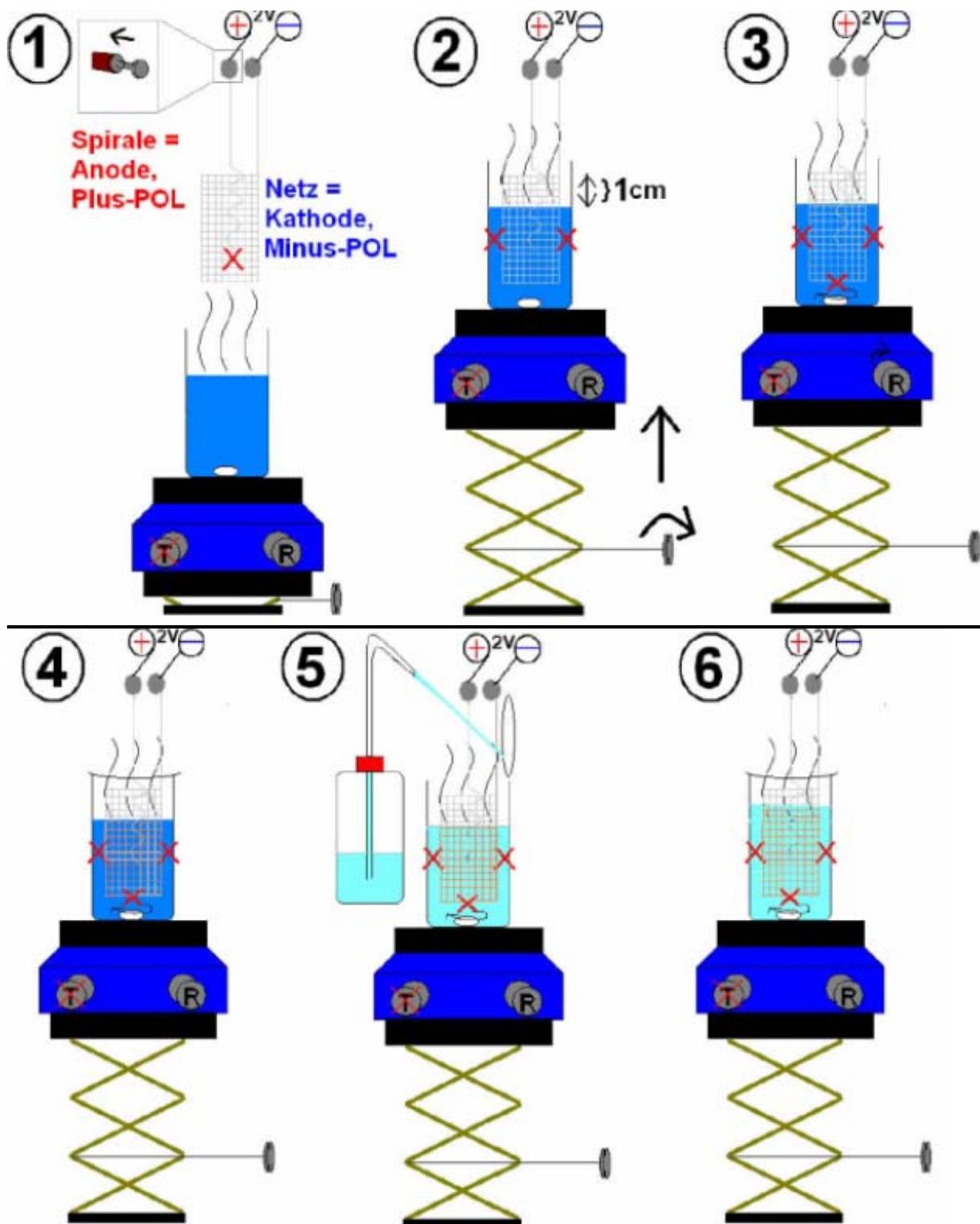
Die kupferhaltige Salpetersäure (Reinigung der Elektrode) wird in den *Behälter für Schwermetallabfälle* gegeben.

Ethanol kommt in die Sammelflasche für Ethanol.

Fragen zur Versuchsvorbereitung (ggf. Seminarunterlagen nutzen):

1. Weshalb werden Platinelektroden verwendet?
2. Aus welchem Grund wird konzentrierte Schwefelsäure und nicht z.B. Salzsäure hinzugegeben?
3. Wozu wird die Lösung erwärmt?
4. Wieso wird die Spannung auf 2V eingestellt?
5. Welche Reaktion findet an der Anode bzw. Kathode statt?
6. Inwiefern beeinflusst der Abstand der Elektroden die Elektrolyse?

Versuchsaufbau:



Aufgabe 8:

Die Maßlösungen werden in 2er-Gruppen angefertigt!!!

Entweder I. Ansetzen einer 0,1 N AgNO₃-Maßlösung

Benötigte Chemikalien und Geräte:

- AgNO₃; das ausstehende Silbernitrat ist 99,9 %-ig!
- 1 Messkolben, 250 mL (Ausgabe durch den Assistenten)
- 1 trockene Glasflasche, 250 mL

oder II. Ansetzen einer 0,05 M Na₂EDTA 2H₂O-Maßlösung

Benötigte Chemikalien und Geräte:

- EDTA, beachten Sie den Gehalt an EDTA, der auf dem Chemikalienbehälter vermerkt ist!
- 1 Messkolben, 250 mL (Ausgabe durch den Assistenten)
- 1 trockene Vorratsflasche, 250 mL

Ansetzen der beiden Maßlösungen:

Zum Ansetzen beider Maßlösungen werden die oben angegebenen Mengen bis auf die dritte Stelle nach dem Komma in einem kleinen Becherglas auf der Analysenwaage abgewogen, in einen 250 mL Messkolben gespült, in Wasser gelöst und dann mit Wasser bis zur Marke aufgefüllt. *Da die Einwaage auf der Analysenwaage mühsam ist, gehen Sie folgendermaßen vor: Bestimmen des Leergewichtes Ihres Becherglases auf der Analysenwaage, Einwaage der benötigten Menge auf der im Praktikumsraum befindlichen Waage in Ihr Becherglas, anschließend Bestimmung der genauen Masse Ihrer Ursubstanz auf der Analysenwaage. Der genaue Faktor der Maßlösung kann dann durch einfache Rechnung bestimmt werden (Quotient aus praktischer Einwaage und Solleinwaage).* Nach dem sorgfältigen Umschütteln wird die fertige Maßlösung in eine trockene dunkle Glasflasche (AgNO₃) bzw. in eine trockene Vorratsflasche (EDTA) gefüllt. Zur Aufbewahrung der Maßlösungen müssen beide Flaschen immer gut verschlossen werden, die Silbernitratlösung muss außerdem im Dunklen aufbewahrt oder der Messkolben mit Alufolie o. ä. umwickelt werden, um eine Reduktion der Silberlösung zu vermeiden.

Aufgabe 9:

Die Maßlösungen werden in 2er-Gruppen angefertigt!!!

Entweder: I. Ansetzen einer 0,1 N KMnO₄-Maßlösung

Benötigte Chemikalien und Geräte:

- ca. 0,8 g KMnO₄ werden für 250 mL einer 0,1 N Lösung benötigt
- ca. 0,3 g Na₂C₂O₄ (p. a.), 1,5 h bei 220 °C getrocknet
- 96%-ige H₂SO₄; 1:4 mit H₂O verdünnen
- einige Tropfen H₂O₂
- 1 Messkolben, 250 mL (Ausgabe durch die Assistenten)
- 1 Glasflasche

Arbeitsvorschrift zum Ansetzen der Kaliumpermanganatlösung:

Ansetzen der Lösung:

ca. 0,8 g KMnO₄ werden in einem 400 mL Becherglas auf der Laborwaage abgewogen und in ca. 150 mL Wasser gelöst. Diese Lösung wird eine Stunde auf 80 – 100 °C erwärmt und dann nach dem Abkühlen durch einen 1D4 Glasfiltertiegel filtriert (der vorhandene Braunstein muss abfiltriert werden, da er die Zersetzung von Permanganat katalysiert). Das Filtrat wird in einen 250 mL Messkolben gespült und dann mit ausgekochtem und wieder abgekühltem Wasser auf 250 mL verdünnt. Die so erhaltene Lösung ist ca. 0,1 N (0,02 M), sie wird in einer Glasflasche im Dunklen aufbewahrt.

Bestimmung des Faktors:

Die Faktorbestimmung erfolgt an dem Tag der Versuchsdurchführung *A 12 Reinhardt-Zimmermann*.

Hierzu werden 3 Proben á ca. 100 mg Na₂C₂O₄ (p. a.), welches etwa 1,5 h bei ca. 220 °C getrocknet wurde, in jeweils einen 250 mL Erlenmeyerkolben auf der Analysenwaage eingewogen. Jede dieser Proben wird gelöst, auf ca. 100 mL verdünnt und mit 10 mL konz. H₂SO₄ (s. o.) angesäuert. Diese Oxalatlösungen werden jeweils auf ungefähr 80 °C erwärmt und mit der ca. 0,1 N ebenfalls auf ungefähr 80 °C erwärmten KMnO₄-Maßlösung in der Hitze titriert. Dabei werden zuerst nur 2-3 Tropfen KMnO₄-Lösung zugegeben und umgeschwenkt, bis sich die Lösung entfärbt hat (das kann einigen Minuten dauern). Durch die Reduktion der ersten Tropfen Permanganat entsteht Mn²⁺, welches die weitere Reaktion katalysiert, so dass dann mit normaler Geschwindigkeit weiter titriert werden kann.

Der Äquivalenzpunkt ist erreicht, wenn eine schwache Rosafärbung der Lösung kurze Zeit bestehen bleibt (die Farbe verblasst relativ schnell wieder, da sich das überschüssige Kaliumpermanganat in der Lösung zersetzt).

Zur Berechnung des Faktors stellen Sie die Reaktionsgleichung auf, berechnen die Anzahl an Äquivalenten an Natriumoxalat und erhalten so die tatsächliche Anzahl an Äquivalenten in der verbrauchten Maßlösung.

Reinigung des Filtertiegels:

Der Filtertiegel wird mit einer sehr stark verdünnten Schwefelsäure, die einige Tropfen Wasserstoffperoxid enthält, gereinigt, mit Wasser nachgewaschen und im Trockenschrank getrocknet.

Entsorgung:

Alle anfallenden Lösungen in den Behälter für Schwermetalle entsorgen.

oder II. Ansetzen einer 0,1 N Na₂S₂O₃-Maßlösung

Benötigte Chemikalien und Geräte:

- ca. 250 mL frisch ausgekochtes und wieder abgekühltes Wasser
- ca. 6,25 g Na₂S₂O₃ • 5 H₂O für 250 mL Maßlösung
- ca. 25 mg Na₂CO₃
- ca. 250 mg KIO₃ (p. a.)
- 3 Portionen von je ca. 3 g KI (p. a.)
- 3 Portionen von je 2 – 3 mL Stärkelösung
{ca. 250 mg Stärke werden mit 100 mL Wasser kurz aufgekocht und nach dem Erkalten abdekantiert oder filtriert}
- verd. H₂SO₄
- 1 Messkolben, 250 mL (Ausgabe durch den Assistenten)
- 1 Messkolben, 100 mL (Ausgabe durch den Assistenten)
- 1 Plastikflasche, 500 mL

Arbeitsvorschrift zum Ansetzen der Thiosulfatlösung:

Ansetzen der Lösung:

ca. 6,25 g Na₂S₂O₃ • 5 H₂O werden auf der Laborwaage abgewogen und in einem 250 mL Messkolben in frisch ausgekochtem und wieder abgekühltem Wasser gelöst. Zur Erhöhung der Haltbarkeit der Lösung werden ca. 25 mg Na₂CO₃ zugegeben, dann wird mit ausgekochtem Wasser auf 250 mL aufgefüllt. Die so angesetzte Lösung ist ca. 0,1 normal, sie wird in einer Plastikflasche aufbewahrt.

Bestimmung des Faktors der ca. 0,1 N Thiosulfatlösung:

Es werden ca. 250 mg KIO₃ (p. a.) (wie gekauft, nicht zusätzlich getrocknet) auf der Analysenwaage in einem kleinen Becherglas eingewogen, in Wasser gelöst und in einem 100 mL Messkolben auf 100 mL aufgefüllt. Von dieser Lösung werden drei Proben á 25 mL zur Faktorbestimmung jeweils in einen 250 mL Erlenmeyerkolben pipettiert und mit Wasser auf ca. 100 mL verdünnt. Die Lösungen werden mit verd. Schwefelsäure etwas angesäuert und nach Zugabe von je 3 g festem KI mit der ca. 0,1 N Na₂S₂O₃-Maßlösung titriert, bis die Lösung nur noch schwach gelb gefärbt ist. Dann werden 2 - 3 mL Stärkelösung zugegeben und weiter titriert, bis die blaue Färbung zum ersten Mal vollständig verschwunden ist. Beim Stehenlassen der Lösung färbt sie sich durch Oxidation durch Luftsauerstoff wieder blau.

ACHTUNG:

Die Bestimmung des Faktors erfolgt kurz **vor** der Durchführung von Aufgabe 13.

Entsorgung:

Alle vorkommenden Lösungen können mit Wasser im Abguss weggespült werden.

Aufgabe 10: Argentometrische Bestimmung von Chlorid nach Mohr

Benötigte Chemikalien für 3 Proben:

- 0,1 N AgNO₃-Maßlösung (Aufgabe 8-I)
- Eine Portion von 2 mL einer 5 %-igen K₂CrO₄-Lösung (als Indikator)
[5 g K₂CrO₄ werden in 95 mL Wasser gelöst; diese Menge **reicht** für das gesamtes Labor!]

Arbeitsvorschrift (s. Jander-Jahr):

25 mL der auf 100 mL verdünnten Analysensubstanz werden in einem 250 mL Erlenmeyerkolben weiter auf ca. 100 mL verdünnt und mit 2 mL der Indikatorlösung (s. o.) versetzt. Die deutlich gelbe Lösung wird langsam unter ständigem Schütteln mit der Silbernitrat-Maßlösung titriert, bis die nach jedem Reagenzzusatz entstehende Rotbraunfärbung nicht mehr verschwindet, sondern auch noch einige Minuten besteht. Ein Indiz dafür, dass der Äquivalenzpunkt in etwa erreicht ist, ist die Tatsache, dass beim kräftigen Umschütteln der Lösung der Niederschlag viel deutlicher ausflockt als zu Beginn der Titration.

Geben Sie bei der ersten Probe nach Erreichen des Äquivalenzpunktes noch einen Tropfen Maßlösung im Überschuss zu: Sie erhalten dann für die zweite und dritte Probe eine Vergleichslösung, die aber schon übertitriert ist. Mit Hilfe dieser Vergleichslösung ist es dann bei der zweiten und dritten Titration leichter, den Endpunkt zu erkennen.

Entsorgung:

- Der Rest der Analysensubstanz kann mit Wasser weggespült werden.
- Die austitrierten Lösungen kommen in den Behälter für Schwermetallabfälle.

Aufgabe 11: Komplexometrische (chelatometrische) Bestimmung von Zink

Benötigte Chemikalien für 3 Proben:

- 0,05 M EDTA-Maßlösung (Aufgabe 8-II)
- 3 Portionen von je 10 mL Pufferlösung pH 10
[5,4 g (NH₄)Cl werden in 20 mL Wasser gelöst; nach Zugabe von 35 mL konz. NH₃ wird mit Wasser auf 100 mL verdünnt]
- Erio-T-Indikator
- konz. Ammoniak

Arbeitsvorschrift:

Durchführung der Titration:

25 mL der auf 100 mL verdünnten Analysensubstanz werden in einen 250 mL Erlenmeyerkolben pipettiert, mit Wasser auf ca. 100 mL verdünnt und mit ca. 10 mL Pufferlösung pH 10 und 1 mL konz. Ammoniak versetzt. Nach Zugabe des Erio-T-Indikators wird die violette Lösung unter Umschwenken mit 0,05 M EDTA-Maßlösung bis zum Farbumschlag nach Blau titriert.

Entsorgung:

- Der Rest der Analysensubstanz und die austitrierten Lösungen kommen in den *Behälter für Schwermetallabfälle*.

Aufgabe 12: Manganometrische Bestimmung von Eisen nach Reinhardt-Zimmermann

Benötigte Chemikalien und Geräte für 3 Proben:

- verd. Salzsäure
- 3 Portionen von je 10 mL Reinhardt-Zimmermann-Lösung (steht aus), sie enthält MnSO_4 , H_3PO_4 und H_2SO_4 (genaue Zusammensetzung siehe **Jander-Jahr**)
- ca. 0,1 N KMnO_4 -Maßlösung (Aufgabe 9-I)
- 1 Messkolben, 100 mL (Ausgabe durch die Assistenten)

Arbeitsvorschrift:

Vorbereitung der erhaltenen Substanz für die Titration:

Die gesamte erhaltene feste Analysensubstanz wird mit Wasser mit Hilfe eines Trichters in einen 100 mL Messkolben gespült und in Wasser vollständig gelöst. Der Kolben wird bis zur Marke mit Wasser aufgefüllt. Die gelöste Probe muss sehr bald titriert werden, (da sonst beim längeren Stehen das vorliegende Fe^{2+} durch den Sauerstoff der Luft teilweise oxidiert werden kann).

Durchführung der Titration:

Von der so vorbereiteten Analysensubstanz werden jeweils 25 mL in ein 400 mL Becherglas pipettiert. Es wird mit 2 mL verd. Salzsäure angesäuert und auf ca. 200 mL verdünnt. Anschließend werden 10 mL Reinhardt-Zimmermann-Lösung zugegeben und sofort mit ca. 0,1 N KMnO_4 -Maßlösung titriert. Der Endpunkt ist erreicht, wenn eine schwache Rosafärbung der Lösung nach dem Umschwenken für eine kurze Zeit bestehen bleibt. (Sie verblasst nach einiger Zeit wieder, da sich das überschüssige Permanganat zersetzt.)

Achtung: Die schwache Rosafärbung ist sehr viel sicherer zu sehen, wenn bei der Titration eine *große weiße Unterlage* unter den Kolben gelegt wird.

Entsorgung:

- Der Rest der Analysensubstanz kann mit Wasser in den Behälter für *Schwermetallabfälle* gespült werden.
- Die austitrierten Lösungen kommen in den Behälter für *Schwermetallabfälle*.

Aufgabe 13: Iodometrische Bestimmung von Kupfer

Benötigte Chemikalien für 3 Proben:

- eingestellte 0,1 N $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ -Maßlösung (Aufgabe 9-II)
- 3 Portionen von je 3 g KI
- verd. H_2SO_4
- 3 Portionen von je 2-3 mL Stärkelösung

Arbeitsvorschrift:

Durchführung der Titration:

25 mL der auf 100 mL verdünnten Analysensubstanz werden in einen 250 mL Erlenmeyerkolben pipettiert, mit 1 mL verd. Schwefelsäure versetzt und mit Wasser auf ca. 100 mL verdünnt. Die Lösung wird nach Zugabe von 3 g festem KI unter Umschwenken mit 0,1 N $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ -Maßlösung titriert, bis die Lösung nur noch schwach gelb gefärbt ist. Dann werden 2-3 mL Stärkelösung zugegeben und weiter titriert, bis die blaue Färbung zum ersten Mal vollständig verschwunden ist. Beim Stehenlassen der Lösung färbt sie sich durch Oxidation durch Luftsauerstoff wieder blau.

Entsorgung:

Der Rest der Analysensubstanz und alle bei der Bearbeitung dieser Analyse anfallenden Lösungen werden im Behälter für Schwermetallabfälle entsorgt.

Anhang: Sicherheitsangaben zu den verwendeten Chemikalien

Anhang-1: Gefahrensymbole und ihre Bedeutung

Gefahrensymbol	Bezeichnung der Gefahr	Der Stoff kann folgende Gefahren beinhalten (R-Sätze)	Beim Umgang sollen die nachstehenden Sicherheitsratschläge befolgt werden (S-Sätze)
 T+	sehr giftig	26, 27, 28, 39	1, 4, 13, 20, 21, 22, 27, 28, 29, 35, 36, 37, 38, 45
 T	giftig Zusatz: krebserzeugend	23, 24, 25, 39, 45, 46, 48, 49	1, 4, 13, 20, 21, 22, 27, 28, 35, 36, 37, 38, 45
 Xn	gesundheitsschädlich	20, 21, 22, 40, 42, 46, 48, 60, 61, 62, 63, 64	2, 13, 36, 37, 45
 C	ätzend	34, 35	2, 18, 20, 25, 26, 27, 28, 37, 39, 45
 Xi	reizend	36, 37, 38, 41, 43	2, 18, 24, 25, 26, 27, 28, 37, 39, 45
 E	explosiv	1, 2, 3, 4, 5, 6, 16	1, 2, 3, 4, 35 Bei organischen Peroxiden zusätzlich: 7, 9, 14, 25, 27, 39, 50
 O	brandfördernd	7, 8, 9, 11	2, 14, 25, 40, 50
 F+	hochentzündlich	12	2, 3, 9, 15, 16, 29, 33, 43
 F	leichtentzündlich	11, 15, 17	2, 3, 9, 16, 29, 33
 N	umweltgefährlich	50, 51, 52, 53, 54, 55, 56, 57, 58, 59	29, 56, 57, 59, 60, 61

Anhang-2: Hinweise auf besondere Gefahren (R-Sätze)

R 1: In trockenem Zustand explosionsgefährlich

R 2: Durch Schlag, Reibung, Feuer oder andere Zündquellen explosionsgefährlich

R 3: Durch Schlag, Reibung, Feuer oder andere Zündquellen besonders explosionsgefährlich

R 4: Bildet hochempfindliche explosionsgefährliche Metallverbindungen

R 5: Beim Erwärmen explosionsfähig

R 6: Mit und ohne Luft explosionsfähig

R 7: Kann Brand verursachen

R 8: Feuergefahr bei Berührung mit brennbaren Stoffen

R 9: Explosionsgefahr bei Mischung mit brennbaren Stoffen

R 10: Entzündlich

R 11: Leichtentzündlich

R 12: Hochentzündlich

R 14: Reagiert heftig mit Wasser

R 15: Reagiert mit Wasser unter Bildung leichtentzündlicher Gase

R 16: Explosionsgefährlich in Mischung mit brandfördernden Stoffen

R 17: Selbstentzündlich an der Luft

R 18: Bei Gebrauch Bildung explosionsfähiger bzw. leicht entzündlicher Dampf-Luft-Gemische möglich

R 19: Kann explosionsfähige Peroxide bilden

R 20: Gesundheitsschädlich beim Einatmen

R 21: Gesundheitsschädlich bei Berührung mit der Haut

R 22: Gesundheitsschädlich beim Verschlucken

R 23: Giftig beim Einatmen

R 24: Giftig bei Berührung mit der Haut

R 25: Giftig beim Verschlucken

R 26: Sehr giftig beim Einatmen

R 27: Sehr giftig bei Berührung mit der Haut

R 28: Sehr giftig beim Verschlucken

R 29: Entwickelt bei Berührung mit Wasser giftige Gase

R 30: Kann bei Gebrauch leicht entzündlich werden

R 31: Entwickelt bei Berührung mit Säure giftige Gase

R 32: Entwickelt bei Berührung mit Säure sehr giftige Gase

R 33: Gefahr kumulativer Wirkungen

R 34: Verursacht Verätzungen

R 35: Verursacht schwere Verätzungen

R 36: Reizt die Augen

R 37: Reizt die Atmungsorgane

R 38: Reizt die Haut

R 39: Ernste Gefahr irreversiblen Schadens

R 40: Irreversibler Schaden möglich

R 41: Gefahr ernster Augenschäden

R 42: Sensibilisierung durch Einatmen möglich

R 43: Sensibilisierung durch Hautkontakt möglich

R 44: Explosionsgefahr beim Erhitzen unter Einschluss

R 45: Kann Krebs erzeugen

R 46: Kann vererbare Schäden verursachen

R 47: Kann Missbildungen verursachen

R 48: Gefahr ernster Gesundheitsschäden bei längerer Exposition

R 49: Kann Krebs erzeugen beim Einatmen

R 50: Sehr giftig für Wasserorganismen

R 51: Giftig für Wasserorganismen

R 52: Schädlich für Wasserorganismen

R 53: Kann in Gewässern längerfristig schädliche Wirkungen haben

R 54: Giftig für Pflanzen

R 55: Giftig für Tiere

R 56: Giftig für Bodenorganismen

R 57: Giftig für Bienen

R 58: Kann längerfristig schädliche Wirkungen auf die Umwelt haben

R 59: Gefährlich für die Ozonschicht

R 60: Kann die Fortpflanzungsfähigkeit beeinträchtigen

R 61: Kann das Kind im Mutterleib schädigen

R 62: Kann möglicherweise die Fortpflanzungsfähigkeit beeinträchtigen

R 63: Kann das Kind im Mutterleib möglicherweise schädigen

R 64: Kann Säuglinge über die Muttermilch schädigen

Kombination der R-Sätze: Hinweise auf gemeinsam auftretende Gefahren z.B.

R 14/15: Reagiert heftig mit Wasser unter Bildung hoch entzündlicher Gase

R 20/21/22: Gesundheitsschädlich beim Einatmen, Verschlucken und Berührung mit der Haut usw.

Anhang-3: Sicherheitsratschläge (S-Sätze)

S 1: Unter Verschluss aufbewahren

S 2: Darf nicht in die Hände von Kindern gelangen

S 3: Kühl aufbewahren

S 4: Von Wohnplätzen fernhalten

S 5: Unter ... aufbewahren (geeignete Flüssigkeit vom Hersteller anzugeben)

S 6: Unter ... aufbewahren (inertes Gas vom Hersteller anzugeben)

S 7: Behälter dicht geschlossen halten

S 8: Behälter trocken lagern

S 9: Behälter an einem gut gelüfteten Ort aufbewahren

S 12: Behälter nicht gasdicht verschließen

S 13: Von Nahrungsmitteln, Getränken und Futtermitteln fernhalten

S 14: von ... fernhalten (inkompatible Substanzen sind vom Hersteller anzugeben)

S 15: Vor Hitze schützen

S 16: Von Zündquellen fernhalten - Nicht rauchen

S 17: Von brennbaren Stoffen fernhalten

S 18: Behälter mit Vorsicht öffnen und handhaben

S 20: Bei der Arbeit nicht essen und trinken

S 21: Bei der Arbeit nicht rauchen

S 22: Staub nicht einatmen

S 23: Gas/Rauch/Dampf/Aerosol nicht einatmen (geeignete Bezeichnung[en] vom Hersteller anzugeben)

S 23.2: Dampf nicht einatmen

S 24: Berührung mit der Haut vermeiden

S 25: Berührung mit den Augen vermeiden

S 26: Bei Berührung mit den Augen sofort gründlich mit Wasser abspülen und Arzt konsultieren

S 27: Beschmutzte, getränkte Kleidung sofort ausziehen

S 28: Bei Berührung mit der Haut sofort abwaschen mit viel ... (vom Hersteller anzugeben)

S 28.1: Bei Berührung mit der Haut sofort abwaschen mit viel Wasser

S 29: Nicht in die Kanalisation gelangen lassen

S 30: Niemals Wasser hinzugießen

S 33: Maßnahmen gegen elektrostatische Aufladungen treffen

S 34: Schlag und Reibung vermeiden

S 35: Abfälle und Behälter müssen in gesicherter Weise beseitigt werden

S 36: Bei der Arbeit geeignete Schutzkleidung tragen

S 37: Geeignete Schutzhandschuhe tragen

S 38: Bei unzureichender Belüftung Atemschutzgerät anlegen

S 39: Schutzbrille/Gesichtsschutz tragen

S 40: Fußboden und verunreinigte Gegenstände mit ... reinigen (Material vom Hersteller anzugeben)

S 41: Explosions- und Brandgase nicht einatmen

S 42: Beim Räuchern/Versprühen geeignetes Atemschutzgerät anlegen (geeignete Bezeichnung[en] vom Hersteller anzugeben)

S 43: Zum Löschen ... (vom Hersteller anzugeben) verwenden (wenn Wasser die Gefahr erhöht, anfügen: „Kein Wasser verwenden“)

S 43.3: Zum Löschen Pulverlöschmittel verwenden, kein Wasser verwenden

S 45: Bei Unfall oder Unwohlsein sofort Arzt hinzuziehen (wenn möglich Etikett vorzeigen)

S 46: Bei Verschlucken sofort ärztlichen Rat einholen und Verpackung oder Etikett vorzeigen

S 47: Nicht über ... °C aufbewahren (vom Hersteller anzugeben)

S 48: Feucht halten mit ... (geeignetes Mittel vom Hersteller anzugeben)

S 50: Nicht mischen mit ... (vom Hersteller anzugeben)

S 51: Nur in gut belüfteten Bereichen verwenden

S 52: Nicht großflächig für Wohn- und Aufenthaltsräume zu verwenden

S 53: Exposition vermeiden. Vor Gebrauch besondere Anweisungen einholen

S 56: Diesen Stoff und seinen Behälter der Problemabfallentsorgung zuführen

S 57: Zur Vermeidung einer Kontamination der Umwelt geeigneten Behälter verwenden

S 59: Information zur Wiederverwendung / Wiederverwertung beim Hersteller/Lieferanten erfragen

S 60: Dieser Stoff und sein Behälter sind als gefährlicher Abfall zu entsorgen

S 61: Freisetzung in die Umwelt vermeiden. Besondere Anweisungen einholen bzw. Sicherheitsdatenblatt zu Rate ziehen

S 62: Bei Verschlucken kein Erbrechen herbeiführen. Sofort ärztlichen Rat einholen und Verpackung oder dieses Etikett vorzeigen

Kombination der S-Sätze: Kombination von Sicherheitsratschlägen z.B.

S 1/2: Unter Verschluss und für Kinder unzugänglich aufbewahren

Anhang-4: Ausstehende Säuren und Basen

Substanz	Formel	Symbol	R- und S-Sätze
Ammoniaklösung (konz.)	NH ₃	Xi, N	R: 34-50 S: 26-36/37/39-45-61
Ammoniaklösung (verd.)	NH ₃	Xi, N	R: 34-50 S: 26-36/37/39-45-61
Essigsäure (konz.) (Eisessig)	CH ₃ CO ₂ H	C	R: 10-35 S: 23.2-26-36/37/39-45
Essigsäure (verd.)	CH ₃ CO ₂ H	C	R: 34 S: 23.2-26-36/37/39-45
Salpetersäure (konz.)	HNO ₃	C	R: 35 S: 23.2-26-36/37/39-45
Salpetersäure (verd.)	HNO ₃	C	R: 35 S: 23.2-26-36/37/39-45
Salzsäure (konz.)	HCl	C	R: 34-37 S: 26-36/37/39-45
Salzsäure (verd.)	HCl	Xi	R: 36/37/38 S: 26
Schwefelsäure (konz.)	H ₂ SO ₄	C	R: 35 S: 26-30-45
Schwefelsäure (verd.)	H ₂ SO ₄	Xi	R: 36/38 S: 26-30

Entsorgung:

Alle aufgeführten Säuren und Basen werden entweder in den *Sammelbehälter für Schwermetallabfälle* oder wenn nicht anders angegeben nach Neutralisierung im Waschbecken mit Wasser weggespült.

Anhang-5: Maßlösungen und Indikatoren

Anhang 5.1: 0,1 N Maßlösungen

Substanz	Formel	Symbol	R- und S-Sätze
EDTA (Titrplex III)	$C_{10}H_{14}N_2Na_2O_8$	-	R: - S: -
Kaliumpermanganat	$KMnO_4$	-	R: - S: -
Natriumthiosulfat	$Na_2S_2O_3$	-	R: - S: -
Natronlauge	$NaOH$	C	R: 35 S: 26-36/37/39-45
Silbernitrat	$AgNO_3$	C, N	R: 34-50/53 S: 26-36/37/39-45-61

Siehe auch die Angaben für die Reinsubstanzen unter **Anhang-4** und **Anhang-6**

Anhang 5.2: Indikatoren

Indikator	Symbol	R- und S-Sätze
Erio-T-Puffertablette	Xi, N	R: 36-51/53 S: 26-61
Methylrot	-	R: - S: -
Methylrot 0,1 g in 100 ml Ethanol	F	R: 11-23/24/25-39/23/24/25 S: 7-16-36/37-45
Stärkelösung	-	R: - S: -

Entsorgung:

In kleinen Mengen mit Wasser wegspülen.

Anhang-6: Benötigte Chemikalien zum Ansetzen von Lösungen und zur Durchführung der Bestimmungen

Substanz	Symbol	R-Sätze	S-Sätze
Aceton	F, Xi	R: 11-36-66-67	S: 9-16-26
Ammoniumacetat	-	R: -	S: -
Ammoniumchlorid	Xn	R: 22-36	S: 22
Ammoniumnitrat	O	R: 8-9	S: 15-16-41
Ammoniumoxalat	Xn	R: 21/22	S: 24/25
Ammoniumthiocyanat	Xn	R: 20/21/22-32	S: 13
Bariumchlorid	T	R: 20-25	S: 45
Calciumchlorid (wasserfrei)	Xi	R: 36	S: 22-24
Diammoniumhydrogenphosphat	-	R: -	S: -
EDTA \equiv Titriplex [®] III	Xn	R: 22	S: -
Ethanol	F	R: 11	S: 7-16
Kaliumchromat	T, N	R: 49-46-36/37/38-43-50/53	S: 53-45-60-61
Kaliumiodat	O	R: 8	S: 17
Kaliumiodid	-	R: -	S: -
Kaliumnitrat	O	R: 8	S: 16-41
Kaliumpermanganat	Xn, O, N	R: 8-22-50/53	S: 60-61
Kaliumthiocyanat	Xn	R: 20/21/22-32	S: 13
Kupfersulfat	Xn, N	R: 22-36/38-50/53	S: 22-60-61
Lewatit S100 (Kationenaustauscher)	-	R: -	S: -
Mangansulfat	Xn, N	R: 48/20/22-50/53	S: 22-61
Methanol	T, F	R: 11-23/24/25-39/23/24/25	S: 7-16-36/37-45
Natriumacetat	-	R: -	S: -
Natriumcarbonat	Xi	R: 36	S: 22-26
Natriumhydroxid	C	R: 35	S: 26-37/39-45
Natriumoxalat	Xn	R: 21/22	S: 24/25
Natriumthiosulfat	-	R: -	S: -
Oxin (8-Hydroxichinolin) in Essigsäure	Xn C	R: 22 R: 10-35	S: - S: 23.2-26-36/37/39-45
Phosphorsäure	C	R: 34	S: 26-36/37/39-45
Silbernitrat	C, N	R: 34-50/53	S: 26-45-60-61
Silicagel (Blaugel)	-	R: -	S: -
Wasserstoffperoxid 30%ig	C	R: 34	S: 3-26-36/37/39-45

Entsorgung:

Die Anweisungen zur Entsorgung sind in den Analysenvorschriften enthalten.