



# Seminar zum Anorganisch- chemischen Lehramtspraktikum LAAC2

Dr. Magdalena Rusan

15.04.2024



# Anorganisch-chemisches Praktikum

## Qualitativer Teil

- 3-wöchiges Blockpraktikum: *Versuche qualitative Analyse + ausgewählte anorganische Versuche (geeignet für den Schulunterricht)*
- Zeitraum: vom 23.09.2024 bis 11.10.2024
- ganztags von 9 bis 17 Uhr
- Labore Haus D Praktikumsebene
- Klausur am 05.08.2024 von 13:00-15:00 Uhr im Liebig-HS (<https://www.cup.lmu.de/anmeld/acla2prakkl/>);  
Wiederholungsklausur am 08.10.2024 von 13:00 bis 15:00 Uhr im Buchner-HS
- Voraussetzung: bestandenes Grundpraktikum: Praktikum (**und** Klausur)



# Qualitative Analysen

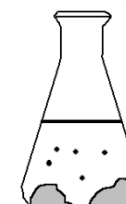
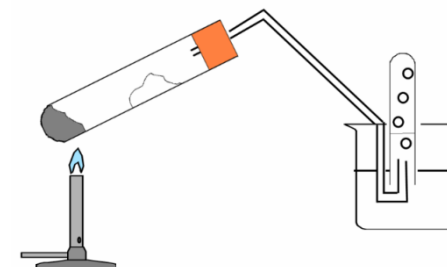
## Was ist drinnen?

- Nachweis von chemischen Elementen, funktionellen Gruppen oder Verbindungen
  - durch **Nachweisreaktionen**
  - **instrumentell**: z.B. Chromatographie, Massenspektrometrie (MS), Kernresonanz-Spektroskopie (NMR)
- Mengen werden nicht berücksichtigt (quantitative Analyse)

**Hier: Nachweis von Kationen und Anionen**

**Einzelanalysen von Kationen und Anionen, Mischanalysen Kationen**

**Hier: Chromatographische Trennung von Kationen und Anionen (DC, Ionentauscher)**



[https://www.uni-wuerzburg.de/fileadmin/08020000/praktika/la2/LA\\_B-2.pdf](https://www.uni-wuerzburg.de/fileadmin/08020000/praktika/la2/LA_B-2.pdf)

# Anorganisch-chemisches Praktikum - Qualitativer Teil



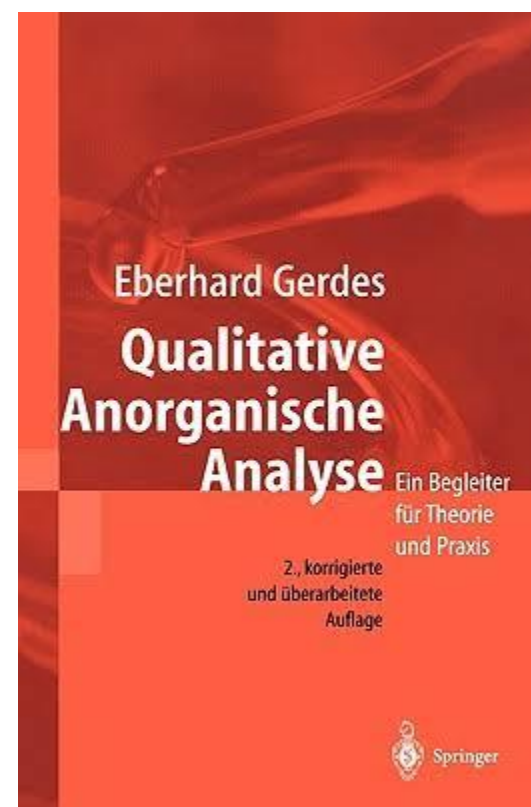
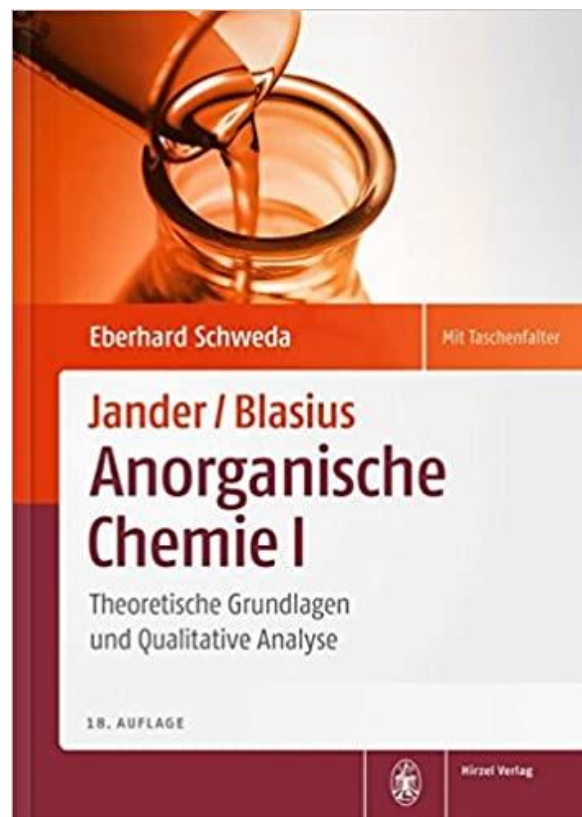
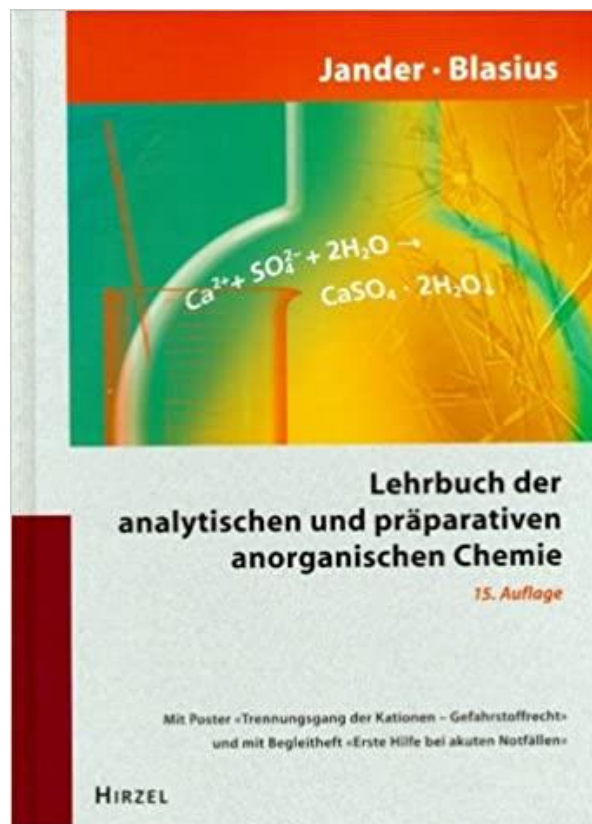
*Periodensystem der Elemente*

I																	VIII						
1	2											10											
H Wasserstoff 1.01	He Helium 4.00																						
3	4											5	6	7	8	9	10						
Li Lithium 6.94	Be Beryllium 9.01																	B Bor 10.81	C Kohlenstoff 12.01	N Stickstoff 14.01	O Sauerstoff 15.999	F Fluor 18.998	Ne Neon 20.18
11	12											13	14	15	16	17	18						
Na Natrium 22.99	Mg Magnesium 24.31																	Al Aluminium 26.98	Si Silicium 28.09	P Phosphor 30.97	S Schwefel 32.06	Cl Chlor 35.45	Ar Argon 39.95
19	20	21	22	23	24	25	26	27	28	29	30	31	32	33	34	35	36	37	38				
K Kalium 39.10	Ca Calcium 40.08	Sc Scandium 44.96	Ti Titan 47.88	V Vanadium 50.94	Cr Chrom 52.00	Mn Mangan 54.94	Fe Eisen 55.85	Co Cobalt 58.93	Ni Nickel 58.70	Cu Kupfer 63.55	Zn Zink 65.41	Ga Gallium 69.72	Ge Germanium 72.64	As Arsen 74.92	Se Selen 78.96	Br Brom 79.90	Kr Krypton 83.80						
39	40	41	42	43	44	45	46	47	48	49	50	51	52	53	54	55	56						
Rb Rubidium 85.47	Sr Strontium 87.62	Y Yttrium 88.91	Zr Zirkonium 91.22	Nb Niob 92.91	Mo Molybdän 95.94	Tc Technetium (98)	Ru Ruthenium 101.07	Rh Rhodium 102.91	Pd Palladium 106.42	Ag Silber 107.81	Cd Cadmium 112.41	In Indium 114.82	Sn Zinn 118.71	Sb Antimon 121.76	Te Tellur 127.60	I Iod 126.90	Xe Xenon 131.29						
57	58																						
Cs Cäsium 132.91	Ba Barium 137.33	* Lanthanoiden	Hf Hafnium 178.49	Ta Tantal 180.95	W Wolfram 183.84	Re Rhenium 186.21	Os Osmium 190.23	Ir Iridium 192.22	Pt Platin 195.08	Au Gold 196.97	Hg Quecksilber 200.59	Tl Thallium 204.38	Pb Blei 207.2	Bi Bismut (208)	Po Polonium (209)	At Astat (210)	Rn Radon (222)						
87	88	** Actinoiden	Rf Rutherfordium (261)	Db Dubnium (262)	Sg Seaborgium (266)	Bh Bohrium (264)	Hs Hassium (269)	Mt Meitnerium (268)	Ds Darmstadtium (271)	Rg Königium (272)	Cn Copernicium (277)	Uut Ununtrium (284)	Uuq Ununquadium (289)	Uup Ununpentium (288)	Uuh Ununhexium (292)	Uus Ununseptium (292)	Uuo Ununoctium (294)						

- Auswahl bestimmter Elemente, die in **Salzen** als **Kationen** und **Anionen** nachgewiesen werden sollen. Z.B.: NaCl, KNO<sub>3</sub>
- **Stoffchemie** (Eigenschaften und Verhalten) von ausgewählten Verbindungen und Elementen sowie **Nachweisreaktionen** werden besprochen.
- Skript und eigene Recherche zu Nachweisreaktionen
- Laborjournal führen!

57	58	59	60	61	62	63	64	65	66	67	68	69	70	71
La Lanthan 138.91	Ce Cer 140.12	Pr Praseodym 140.91	Nd Neodym 144.24	Pm Promethium (147)	Sm Samarium 150.36	Eu Europium 151.97	Gd Gadolinium 157.25	Tb Terbium 158.93	Dy Dysprosium 162.50	Ho Holmium 164.93	Er Erbium 167.26	Tm Thulium 168.93	Yb Ytterbium 173.04	Lu Lutetium 174.97
89	90	91	92	93	94	95	96	97	98	99	100	101	102	103
Ac Actinium 227.03	Th Thorium 232.04	Pa Protactinium 231.04	U Uran 238.03	Np Neptunium (237)	Pu Plutonium (244)	Am Americium (243)	Cm Curium (247)	Bk Berkelium (247)	Cf Californium (251)	Es Einsteinium (252)	Fm Fermium (257)	Md Mendelevium (258)	No Nobelium (259)	Lr Lawrencium (262)

## Literatur





## Wie gehe ich bei der qualitativen Analyse vor?

1. Schritt: Übersicht
2. Schritt: Lösungsversuche und/oder Aufschlüsse
3. Schritt: Trennungsmethoden
4. Schritt: Nachweisreaktionen

**Methode:**  
**Nachweisreaktionen**

# Anorganisch-chemisches Praktikum - Qualitativer Teil

## Übersicht

- Am Anfang steht die „optische Inspektion“ (charakteristische Farben, Kristallformen, Gerüche)  
→ Kristalle voneinander trennen, getrennt betrachten, Vorproben mit den einzelnen Kristallen
- Dann folgen **Lösungsversuche**, eventuell **Aufschlüsse**
- Trennungsversuche und Nachweisreaktionen

## 2.1 Lösungsversuche

Im Prinzip kann man hier schon eine Art Vor-Trennungsgang durchführen:

- Löslichkeit in reinem Wasser
- Löslichkeit in Salzsäure
- Löslichkeit in konzentrierter Salpetersäure
- Löslichkeit in Königswasser

***Königswasser: Gemisch aus konzentrierter Salzsäure und konzentrierter Salpetersäure im Verhältnis von 3:1.***

Was jetzt noch unlöslich ist, wird einem Schmelzaufschluss unterzogen!



## 2.2 Schmelzaufschlüsse

*Schwerlösliche Stoffe, wie z.B. **Oxide**, **Silikate** oder **Sulfate** werden in wasser- oder säurelösliche Stoffe überführt, wobei Aufschlussmittel verwendet werden.*

- Diese Verbindungen werden in eine lösliche Form überführt. Das nennt man **Aufschließen**, die Prozedur dazu ist der **Aufschluss**.
- **Aufschlussverfahren mit Schmelzen**: Viele Verbindungen lassen sich auf diese Art und Weise nicht aufschließen. Deshalb hat sich eine Reihe von Verfahren etabliert, bei denen man Schmelzen unter Hinzufügung anderer, deutlich überschüssiger Verbindungen herstellt. Dabei kommt es zum Austausch von Ionen, so dass zuvor schwerlösliche Verbindungen in lösliche überführt werden.

### 2.2.1 Oxidationsschmelze mit Kaliumnitrat

### 2.2.2 Kaliumhydrogensulfat-Aufschluss für basische Oxide und Oxosalze

### 2.2.3 Soda-Pottasche-Aufschluss für saure Oxide und Oxosalze

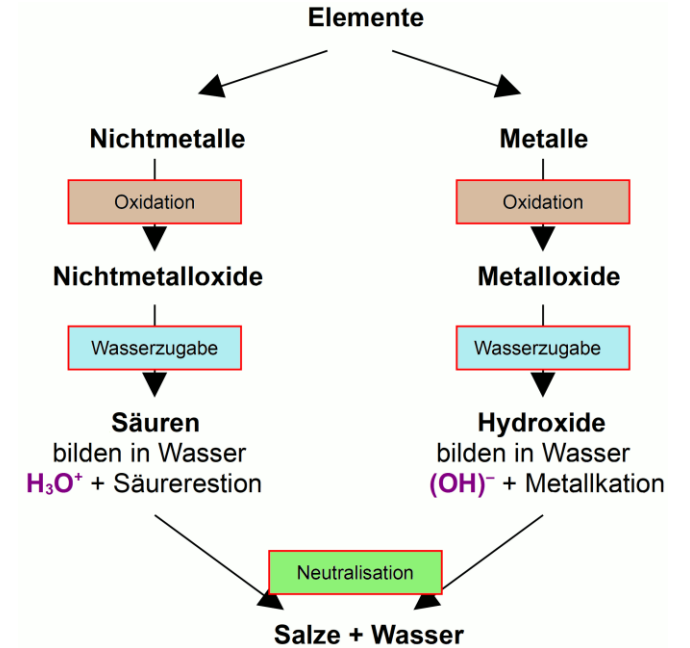
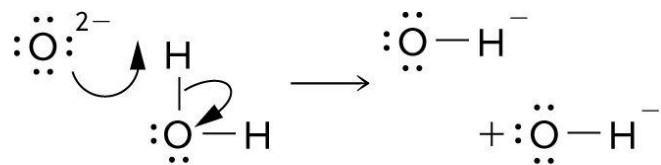
### 2.2.4 Freiburger Aufschluss für Zinnstein $\text{SnO}_2$



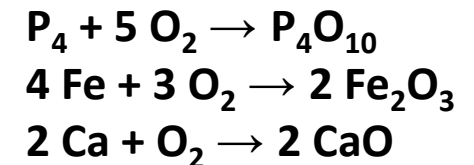
# Oxide

## Oxide

- Ein Oxid ist eine Verbindung von Sauerstoff mit einem Element, das elektropositiver ist, als das Element Sauerstoff.
- Sauerstoff bildet mit allen Elementen Verbindungen, außer mit He, Ne, Ar und Kr.
- Die wichtigsten und häufigsten Verbindungen sind die Oxide mit der Oxidationszahl -2 des Sauerstoffs. Die Bindung variiert von überwiegend ionisch bis überwiegend kovalent.
- **Metalloxide** z.B.  $\text{Na}_2\text{O}$  sind **basische Oxide**
- Die Oxide der Elemente der ersten Hauptgruppe sowie  $\text{CaO}$ ,  $\text{SrO}$  und  $\text{BaO}$  lösen sich in Wasser unter Bildung von Hydroxiden, man nennt sie Basenanhydride. Diese Oxide sind ionisch aufgebaut. Beim Lösen in Wasser reagiert das Oxid-Ion mit dem Wasser.
- Die Oxide und Hydroxide anderer Metalle sind in Wasser unlöslich.



<https://www.hoffmeister.it/index.php/chemiebuch-anorganik/182-freies-lehrbuch-anorganische-chemie-16-saeure-base-reaktionen-nach-dem-donator-akzeptor-prinzip>



## Oxide

- Fast alle **Nichtmetalloxide** z.B.  $\text{CO}_2$ , oder  $\text{SO}_3$  sind **saure Oxide**
- Viele reagieren mit  $\text{H}_2\text{O}$  unter Bildung von Säuren; man nennt sie auch Säureanhydride

generell gilt:

Metalloxid + Wasser = Base

Nichtmetalloxid + Wasser = Säure

Nichtmetalloxid + Base = Salz + Wasser

Nichtmetalloxid + Metalloxid = Salz



- ✓ Trends im Periodensystem: Innerhalb einer Periode nimmt in der Regel der Säurecharakter von links nach rechts zu und der basische Charakter ab (und umgekehrt)
- ✓ Liegt eine stark polare Atombindung vor (in einem Nichtmetalloxid), so bildet das Nichtmetalloxid mit dem Wasser eine Säure
- ✓ Liegt eine stark ionische Bindung vor (in einem Metalloxid), so bildet das Metalloxid mit dem Wasser eine Lauge
- ✓ Amphotere Oxide = Oxide weniger elektropositiver Elemente und Hydroxide können je nach Reaktionspartner sauer und basisch reagieren, d.h. sie reagieren mit Säuren UND mit Basen zu Salzen.

## Oxide



- Amphotere Oxide können sowohl als Säure als auch als Base reagieren, d.h. gemäß der Lewis-Theorie muss es sich bei einem amphoteren Oxid um eine schwache Säure oder schwache Base handeln (je nach Reaktionspartner).
- Daher finden sich amphotere Oxide im oberen Drittel der Elemente der II. und III. Hauptgruppe sowie dem unteren Drittel der Elemente der IV. und V. Hauptgruppe. Daher kann beispielsweise Aluminiumoxid je nach Reaktionspartner als Säure oder Base reagieren.
  - ✓ In einer Periode nimmt der saure Charakter zu:  
 $\text{Na}_2\text{O} < \text{MgO} < \text{Al}_2\text{O}_3 < \text{SiO}_2 < \text{P}_4\text{O}_{10} < \text{SO}_3$   
 basisch - amphot. - sauer - stark sauer
  - ✓ Für ein Element steigt die Acidität mit steigender Oxidationszahl:  
 $\text{MnO} < \text{Mn}_2\text{O}_3 < \text{MnO}_2 < \text{Mn}_2\text{O}_7$
  - ✓ In den Hauptgruppen steigt die Basizität mit steigender Ordnungszahl:  
 $\text{BeO} < \text{MgO} < \text{CaO} < \text{SrO} < \text{BaO}$

2	13/III	14/IV	15/V	16/VI
BeO	B			
	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Si		
	Ga <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	GeO <sub>2</sub>	As <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	
	In <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	SnO SnO <sub>2</sub>	Sb <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Te
		PbO PbO <sub>2</sub>	Bi <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Po

© 2006 Wiley-VCH, Weinheim  
Atkins / Chemie - einfach alles  
ISBN: 3-527-31579-9 Abb-10-05

# Oxide



## Periodensystem der Elemente

← Metalle und Metalloide      Nichtmetalle (+ H)      →

← Gruppe      →  
xA = x-te Hauptgruppe; xB = x-te Nebengruppe

	1 IA		2 IIA														18 VIIIA		
1 K	1 H Wasserstoff 1,008																	2 He Helium 4,002602(2)	
2 L	3 Li Lithium 6,94		4 Be Beryllium 9,0121831(5)																
3 M	11 Na Natrium 22,98976928		12 Mg Magnesium 24,305																
4 N	19 K Kalium 39,0983(1)	20 Ca Calcium 40,078(4)	21 Sc Scandium 44,955908(5)	22 Ti Titan 47,867(1)	23 V Vanadium 50,9415(1)	24 Cr Chrom 51,9961(6)	25 Mn Mangan 54,938044(3)	26 Fe Eisen 55,845(2)	27 Co Cobalt 58,933194(4)	28 Ni Nickel 58,6934(4)	29 Cu Kupfer 63,546(3)	30 Zn Zink 65,38(2)	31 Ga Gallium 69,723(1)	32 Ge Germanium 72,630(8)	33 As Arsen 74,921595(6)	34 Se Selen 78,971(8)	35 Br Brom 79,904	36 Kr Krypton 83,798(2)	
5 O	37 Rb Rubidium 85,4678(3)	38 Sr Strontium 87,62(1)	39 Y Yttrium 88,90584(2)	40 Zr Zirkonium 91,224(2)	41 Nb Niob 92,90637(2)	42 Mo Molybdän 95,95(1)	43 Tc Technetium [98]	44 Ru Ruthenium 101,07(2)	45 Rh Rhodium 102,90550(2)	46 Pd Palladium 106,42(1)	47 Ag Silber 107,8682(2)	48 Cd Cadmium 112,414(4)	49 In Indium 114,818(1)	50 Sn Zinn 118,710(7)	51 Sb Antimon 121,760(1)	52 Te Tellur 127,60(3)	53 I Iod 126,90447(3)	54 Xe Xenon 131,293(6)	
6 P	55 Cs Cäsium 132,9054519	56 Ba Barium 137,327(7)	57 La Lanthanoide	72 Hf Hafnium 178,486(6)	73 Ta Tantal 180,94788(2)	74 W Wolfram 183,84(1)	75 Re Rhenium 186,207(1)	76 Os Osmium 190,23(3)	77 Ir Iridium 192,217(3)	78 Pt Platin 195,084(9)	79 Au Gold 196,966569(5)	80 Hg Quecksilber 200,592(3)	81 Tl Thallium 204,38	82 Pb Blei 207,2(1)	83 Bi Bismut 208,98040(1)	84 Po Polonium [209]	85 At Astat [210]	86 Rn Radon [222]	
7 Q	87 Fr Francium [223]	88 Ra Radium [226]	89 Ac Actinoide	104 Rf Rutherfordium [267]	105 Db Dubnium [268]	106 Sg Seaborgium [271]	107 Bh Bohrium [270]	108 Hs Hassium [269]	109 Mt Meitnerium [276]	110 Ds Darmstadtium [281]	111 Rg Roentgenium [280]	112 Cn Copernicium [285]	113 Nh Nihonium [284]	114 Fl Flerovium [289]	115 Mc Moscovium [288]	116 Lv Livermorium [293]	117 Ts Tenness [294]	118 Og Oganesson [294]	
	Alkali- metalle		Erdalkali- metalle	Übergangsmetalle, Nebengruppen								Bor- gruppe (Triele)	Tetrel- e	Pnictogene (Pentele)	Chalko- gene	Halogene	Edel- gase		
	s-Block (+ He)			d-Block Elemente								p-Block Elemente (ausser He)							
	Lanthanoide			Radioaktive Elemente      Synthetische bzw. in der Natur nur in kleinsten Spuren auftretende Elemente															
6 P	57 La Lanthan 138,90547(7)	58 Ce Cer 140,116(1)	59 Pr Praseodym 140,90766(2)	60 Nd Neodym 144,242(3)	61 Pm Promethium [145]	62 Sm Samarium 150,36(2)	63 Eu Europium 151,964(1)	64 Gd Gadolinium 157,25(3)	65 Tb Terbium 158,92535(2)	66 Dy Dysprosim 162,500(1)	67 Ho Holmium 164,93033(2)	68 Er Erbium 167,259(3)	69 Tm Thulium 168,93422(2)	70 Yb Ytterbium 173,045(10)	71 Lu Lutetium 174,9668(1)				
7 Q	89 Ac Actinium [227]	90 Th Thorium 232,0377(4)	91 Pa Protactinium 231,03588(2)	92 U Uran 238,02891(3)	93 Np Neptunium [237]	94 Pu Plutonium [244]	95 Am Americium [243]	96 Cm Curium [247]	97 Bk Berkelium [247]	98 Cf Californium [251]	99 Es Einsteinium [252]	100 Fm Fermium [257]	101 Md Mendelevium [258]	102 No Nobelium [259]	103 Lr Lawrencium [262]				
	Actinoide																		

OZ Sy  
 Elementname  
 Atommasse  
 EN

OZ = Ordnungszahl  
 Sy = Elementsymbol  
 (Gas, Flüssigkeit)  
 EN = Elektronegativität

<https://www.internetchemie.info/chemische-elemente/periodensystem.php>

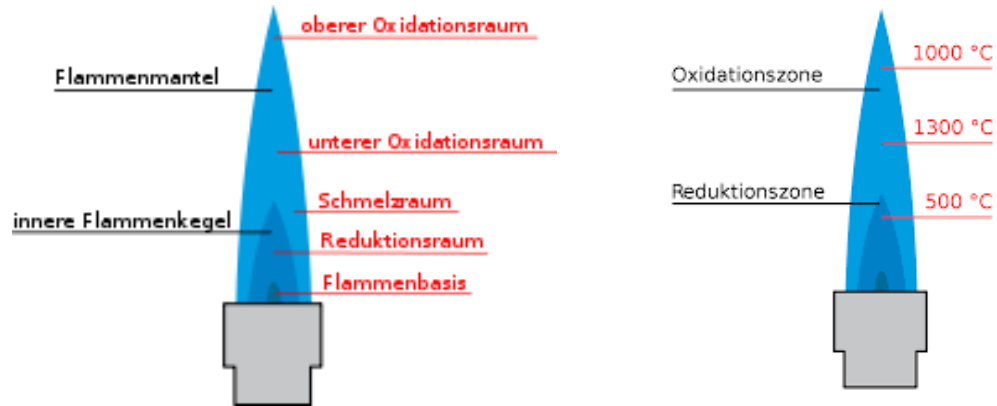
## Oxidationsschmelze



## 2.2.1 Oxidationsschmelze

Aufschluss von **schwerlöslichen, oxidierbaren** Verbindungen. Schmelze, die zum Aufschluss von Erdalkalisulfaten, hochgeglühten Oxiden, Silicaten und Silberhalogeniden dient. Z.B.  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Cr}_2\text{O}_3$

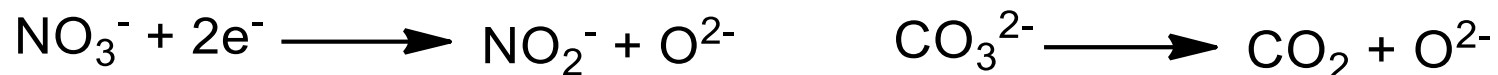
Ursubstanz auf gut ausgeglühter Magnesiumrinne mit einer Mischung aus 3 Teilen  $\text{KNO}_3$  oder  $\text{NaNO}_3$  und 2 Teilen  $\text{K}_2\text{CO}_3$  oder  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  vermengen und in der Oxidationsflamme des Bunsenbrenners schmelzen.



$\text{NO}_3^-$  wirkt auf die beigemengte Urschmelze einerseits als Oxidationsmittel und andererseits ist es gleichzeitig ein Oxidionen-Donor.  $\text{CO}_3^{2-}$  wirkt ebenfalls als **Oxidionen-Donor**. Außerdem verhindert das entweichende  $\text{CO}_2$  ein Zusammenbacken der Schmelze, wodurch der vollständige Umsatz der beteiligten Komponenten während der Reaktion gewährleistet wird.

## Oxidationsschmelze

Der abgekühlte Rückstand wird in Wasser gelöst und vom Unlöslichen getrennt. Die Nachweise erfolgen dann aus dem Filtrat.

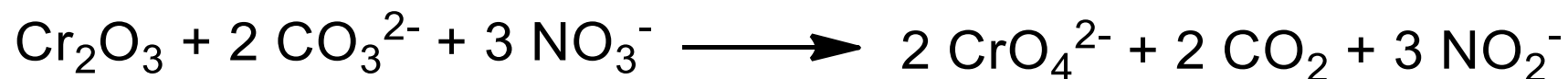


In Salzschmelzen finden Austauschreaktionen statt. So werden bei Salzen mit sauerstoffhaltigen Anionen wie  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  und  $\text{KNO}_3$  etc. Oxidationen von basischen auf saure Teilchen der Schmelze übertragen. So lässt sich das Konzept der Säuren und Basen auch auf die Reaktionen in Salzschmelzen übertragen:

**Basen in Oxidschmelzen sind  $\text{O}^{2-}$  - Donatoren**

**Säuren in Oxidschmelzen sind  $\text{O}^{2-}$  - Akzeptoren**

gilt generell

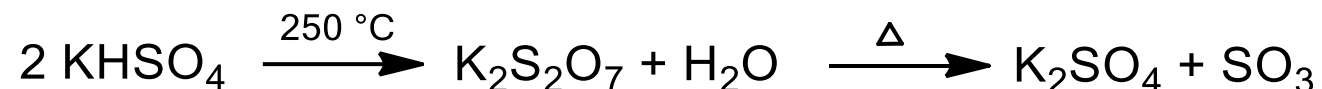




## 2.2.2 Saurer Aufschluss mit $\text{KHSO}_4$

Aufschluss von **basischen** oder **amphoteren Oxiden** in einer  $\text{KHSO}_4$ -Schmelze. Z.B.  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Cr}_2\text{O}_3$ ,  $\text{TiO}_2$

Beim Erhitzen von  $\text{KHSO}_4$  auf  $250\text{ }^\circ\text{C}$  entweicht  $\text{H}_2\text{O}$  unter Bildung von  $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_7$  (Kaliumdisulfat oder Pyrosulfat), welches als Oxidionen-Akzeptor wirkt und damit das eigentliche Aufschlussmittel ist.



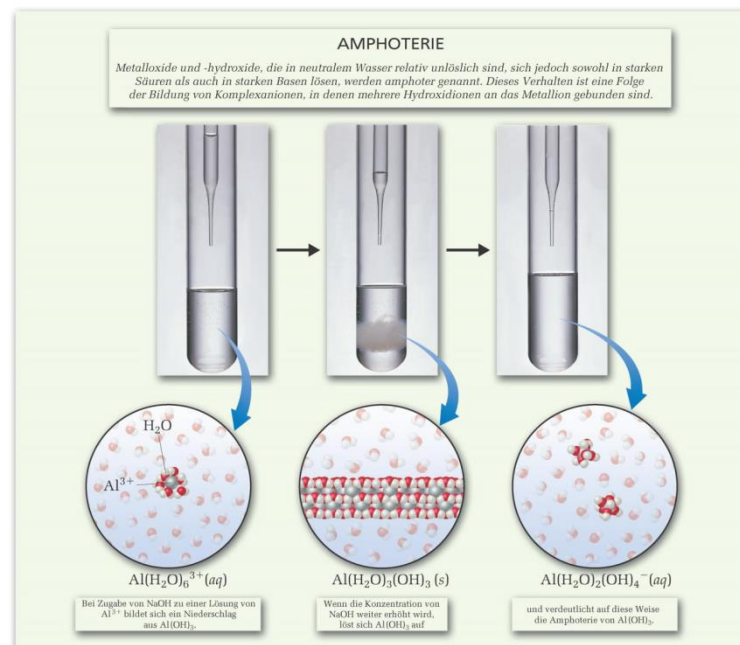
Bei hohen Temperaturen zersetzt sich  $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_7$  unter Bildung von Schwefeltrioxid  $\text{SO}_3$ . Aus der Schmelze dürfen daher möglichst keine  $\text{SO}_3$ -Nebel entweichen, sonst ist die Reaktionstemperatur zu hoch.



## Saurer Aufschluss

Die zu untersuchende Substanz wird mit ca. der sechsfachen Menge an  $\text{KHSO}_4$  fein verrieben und bei möglichst niedriger Temperatur im Tiegel geschmolzen. Das Gemisch wird so lange erhitzt bis ein klarer Schmelzfluss entsteht, der gerade  $\text{SO}_3$  abzugeben beginnt. Dann lässt man es erkalten und löst den Schmelzkuchen in verdünnter  $\text{H}_2\text{SO}_4$ . Dann erfolgen weitere Nachweise in Lösung.

Bei  $\text{Al}_2\text{O}_3$ : wird nur unvollständig aufgeschlossen  $\rightarrow$   $\text{NaOH}$  dazu geben, um das in der Schmelze vorliegende Natriumaluminat  $\text{NaAlO}_2$  in Tetrahydroxyaluminat  $[\text{Al}(\text{OH})_4]^-$  zu überführen, welches durch Zugabe von Säure als  $\text{Al}(\text{OH})_3$  gefällt wird.





## Soda-Pottasche-Aufschluss

### 2.2.3 Soda-Pottasche-Aufschluss

Aufschluss von schwerlöslichen Sulfaten, hochgeglühten sauren oder amphoteren Oxiden, Silikaten und Ag-Halogeniden in einer  $\text{Na}_2\text{CO}_3/\text{K}_2\text{CO}_3$ -Schmelze. Z.B.  $\text{BaSO}_4$ ,  $\text{AgBr}$ , Kalifeldspat  $\text{KAlSi}_3\text{O}_8$ .

Für diesen Schmelzaufschluss verwendet man **Soda** und **Pottasche** im Gemisch, weil man damit eine Schmelzpunkt-erniedrigung gegenüber den reinen Salzen erhält (eutektisches Gemisch). Zudem drängt der enorme Carbonatüberschuss das Gleichgewicht der Reaktionen auf die Seite der Produkte.



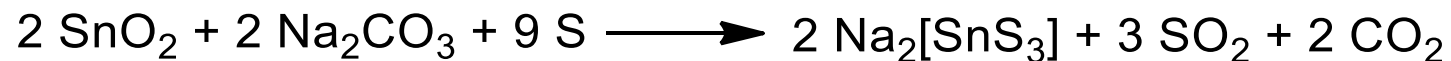
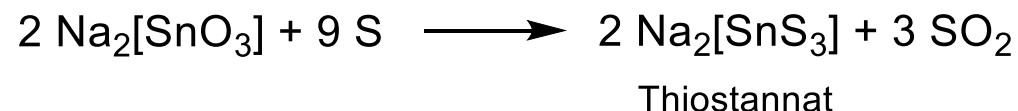
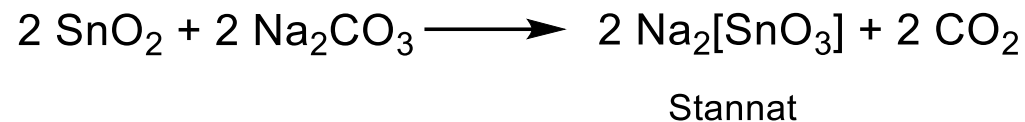
Der zu untersuchende Rückstand wird mit der 4- bis 6-fachen Menge einer Soda-Pottasche-Mischung (51,5%  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  und 48,5%  $\text{K}_2\text{CO}_3$  Smp. 710 °C) vermengt und ca. 10 min lang erhitzt, bis ein klarer Schmelzfluss entsteht. Wenn die  $\text{CO}_2$ -Entwicklung (Schäumen) abklingt, wird abgeschreckt, gemörsert und mit  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ -Lsg. sulfatfrei gewaschen (verhindert die Rückreaktion). Dann in verdünnter HCl oder Essigsäure aufnehmen und weiter analysieren.

**Eutektisches Gemisch:** Mischungsverhältnis mehrerer Komponenten mit niedrigstem Schmelzpunkt

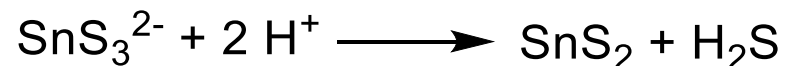
## Freiberger-Aufschluss

### 2.2.4 Freiburger-Aufschluss

Durch den Freiburger Aufschluss lassen sich schwerlösliche **As**-, **Sb**- und **Sn**-Verbindungen in die entsprechenden Thiosalze überführen.



Die aufzuschließende Substanz wird mit ca. der 6-fachen Menge eines Gemisches aus gleichen Anteilen Schwefel und  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  zuerst langsam, dann immer stärker erhitzt. Wenn die Gasentwicklung ( $\text{SO}_2$  und  $\text{CO}_2$ ) abgeklungen ist, wird die Schmelze abgekühlt und mit verdünnter  $\text{NaOH}$  gelöst und filtriert. Zur basischen Lösung wird  $\text{HCl}$  getropft, wobei **gelbes  $\text{SnS}_2$**  ausfällt.





## Anorganisch-chemisches Praktikum - Qualitativer Teil

### 3. Trennungsversuche

Um ein Substanzgemisch in seine Bestandteile aufzutrennen, bedient man sich im wesentlichen zweier grundsätzlicher Methoden

1. Fraktionierte Fällung (der „klassische Trennungsgang“)
2. Chromatographie unter Ausnutzung unterschiedlichen Adsorptionsverhaltens

### 4. Nachweisreaktionen

- Als Nachweisreaktionen eignen sich vor allem Farb- und Fällungsreaktionen.
- Zur ersten Orientierung können sogenannte „Vorproben“ direkt an der „Ursubstanz“ vorgenommen werden.
- Um sicher zu gehen ist aber eine Trennung des erhaltenen Substanzgemisches unumgänglich



## 3 Trennungsmethoden

- **Klassischer Kationentrennungsgang**
- **Anionentrennung**
- **Chromatographie**

## Kationen-Trennungsgang

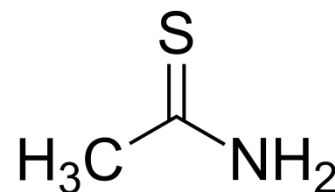
## 3.1 Der „klassische Kationen-Trennungsgang“

1. Die HCl-Gruppe:  $\text{Ag}^+$ ,  $\text{Pb}^{2+}$ ,  $\text{Hg}_2^{2+}$
2. Die  $\text{H}_2\text{S}$ -Gruppe:  $\text{Hg}^{2+}$ ,  $\text{Pb}^{2+}$ ,  $\text{Bi}^{3+}$ ,  $\text{Cu}^{2+}$ ,  $\text{Cd}^{2+}$ ,  $\text{As}^{3+}$ ,  $\text{Sb}^{3+}$ ,  $\text{Sn}^{2+}$
3. Die Ammoniumsulfid-Urotropin-Gruppe:  $\text{Co}^{2+}$ ,  $\text{Ni}^{2+}$ ,  $\text{Mn}^{2+}$ ,  $\text{Zn}^{2+}$ ,  $\text{Fe}^{2+/3+}$ ,  $\text{Al}^{3+}$ ,  $\text{Cr}^{3+}$
4. Die Ammoniumcarbonatgruppe:  $\text{Ca}^{2+}$ ,  $\text{Sr}^{2+}$ ,  $\text{Ba}^{2+}$
5. Die „lösliche Gruppe“:  $\text{Li}^+$ ,  $\text{Na}^+$ ,  $\text{K}^+$ ,  $\text{NH}_4^+$ ,  $\text{Mg}^{2+}$

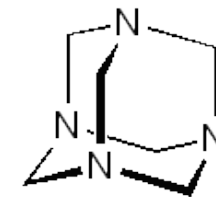
## Die Fällungsreagenzien

- Schwefelwasserstoff  $\text{H}_2\text{S}$  und Thioacetamid
- Ammoniumsulfid  $(\text{NH}_4)_2\text{S}$
- Urotropin
- Ammoniumcarbonat  $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$

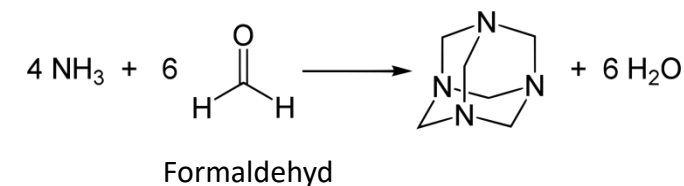
## Thioacetamid



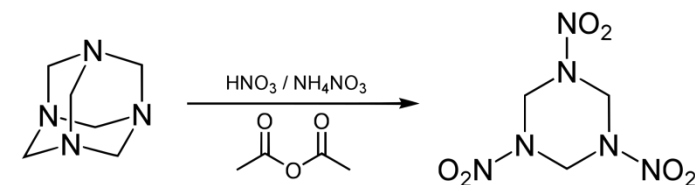
## Urotropin – Hexamethylenetetramin



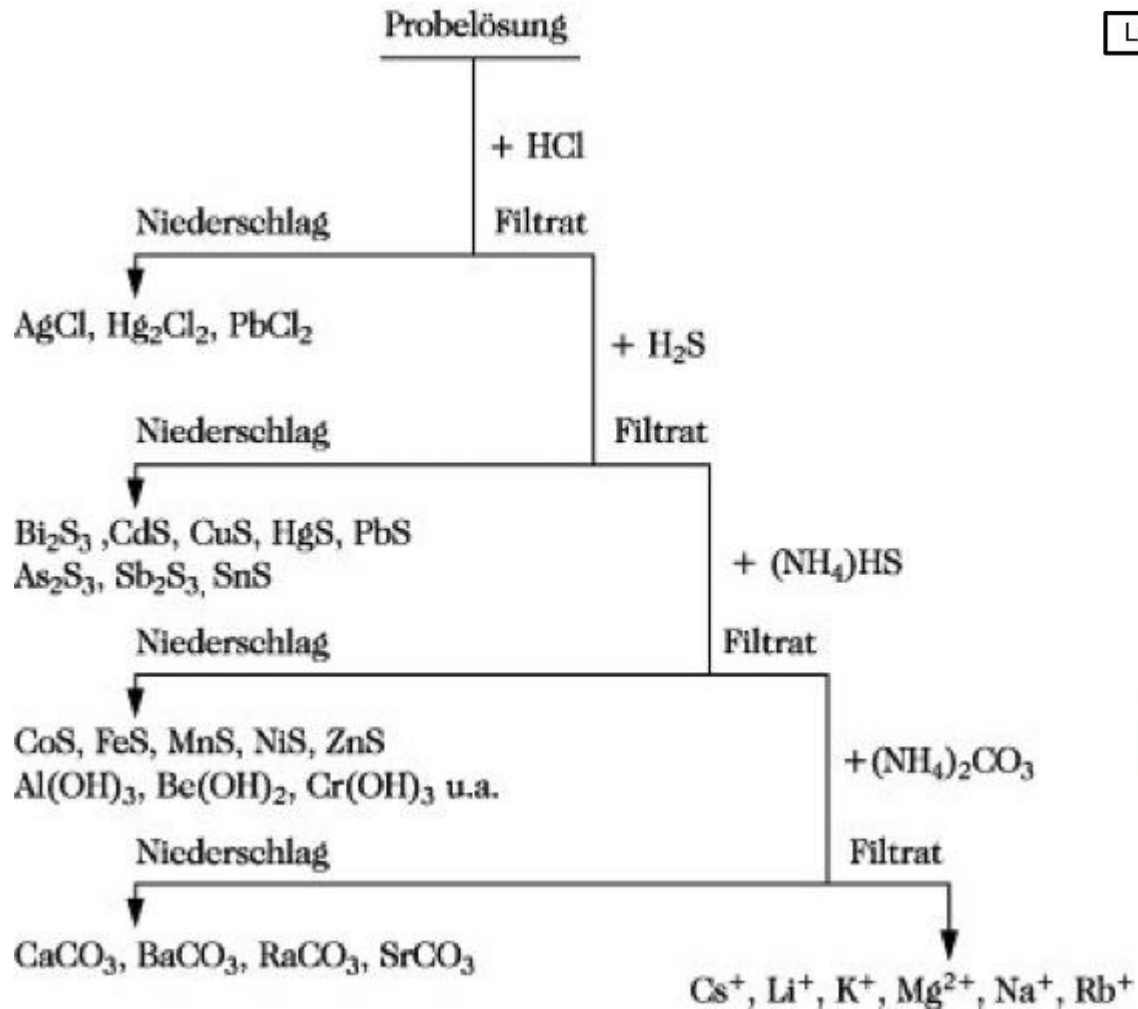
Desinfektion der Harnwege



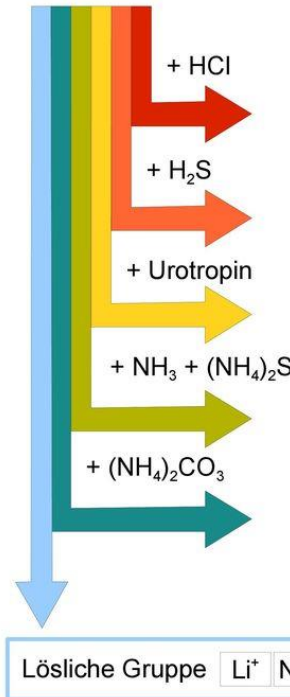
## Anwendung

Explosivstoff Hexogen  
(RDX)

# Kationen-Trennungsgang



**Lösung der Ursubstanz**



## Kationen-Trennungsgang

Salzsäure-Gruppe  $Ag^+$   $Pb^{2+}$   $Hg_2^{2+}$

$H_2S$ -Gruppe  $Bi^{3+}$   $Cu^{2+}$   $Cd^{2+}$   $Sb^{3+/5+}$   $Sn^{2+/4+}$   $As^{3+/5+}$   $Hg^{2+}$

Urotropin-Gruppe  $Fe^{2+/3+}$   $TiO^{2+}$   $Al^{3+}$   $Cr^{3+}$   $VO^{2+}$

$(NH_4)_2S$ -Gruppe  $Mn^{2+}$   $Zn^{2+}$   $Co^{2+}$   $Ni^{2+}$

$(NH_4)_2CO_3$ -Gruppe  $Ba^{2+}$   $Sr^{2+}$   $Ca^{2+}$

Lösliche Gruppe  $Li^+$   $Na^+$   $K^+$   $Mg^{2+}$   $NH_4^+$

<https://docplayer.org/9284736-Seminar-zum-grundpraktikum-anorganische-chemie.html>

- schwerlösliche Chloride
- schwerlösliche Sulfide in saurer Lösung
- schwerlösliche Hydroxide und Sulfide in alkalischer Lösung
- schwerlösliche Carbonate in ammoniakalischer Lösung



## 3.2 Anionentrennung

Trennungsgang: Ausgangslösung: Filtrat des Sodauszuges

Prinzip: Bildung schwerlöslicher Salze

1.  $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$ -Gruppe (I. Gruppe):  $\text{F}^-$ ,  $\text{CO}_3^{2-}$ ,  $\text{SiO}_4^{4-}$ ,  $\text{PO}_4^{3-}$ ,  $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$ ,  $(\text{AsO}_4)^{3-}$
2.  $\text{Ba}(\text{NO}_3)_2$ -Gruppe (II. Gruppe):  $\text{SO}_4^{2-}$ ,  $(\text{CrO}_4)^{2-}$
3.  $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2$ -Gruppe (III. Gruppe):  $\text{S}^{2-}$ ,  $\text{CN}^-$ ,  $([\text{Fe}(\text{CN})_6]^{3-/4-})$  (rotes und gelbes Blutlaugensalz)
4.  $\text{AgNO}_3$ -Gruppe (IV. Gruppe):  $\text{Cl}^-$ ,  $\text{Br}^-$ ,  $\text{I}^-$ , Thiocyanat  $\text{SCN}^-$ , Thiosulfat  $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$ ,  $\text{IO}_3^-$ ,  $\text{BrO}_3^-$
5. Lösliche Gruppe (V. Gruppe): z.B.  $\text{NO}_2^-$

Filtrat wird mit dem nächsten Reagenz versetzt, lösliche Gruppe bleibt übrig.

- 1 g Ursubstanz mit der 2-3 fachen Menge Soda ( $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ) in Wasser aufschlämmen
- 10 min kochen; Rückstand abtrennen
- Filtrat wird für den Trennungsgang verwendet



## Nachweisreaktionen und Chemie der Elemente

# Einzelnachweise im nasschemischen Trennungsgang und „Chemie der Elemente“

Einzelnachweise und Chemie der Elemente

- 1. Hauptgruppenelemente
- 2. Nebengruppen-Elemente



# Kationen und Anionen im Praktikum

## Ionen im Praktikum

- $\text{Cu}^{2+}$  ,  $\text{Bi}^{3+}$  ,  $\text{Sb}^{3+}$  ,  $\text{Sn}^{2+}$
- $\text{Co}^{2+}$  ,  $\text{Zn}^{2+}$  ,  $\text{Mn}^{2+}$  ,  $\text{Fe}^{2+/3+}$  ,  $\text{Al}^{3+}$  ,  $\text{Cr}^{3+}$
- $\text{Li}^{+}$  ,  $\text{Na}^{+}$  ,  $\text{K}^{+}$  ,  $\text{NH}_4^{+}$  ,  $\text{Ca}^{2+}$  ,  $\text{Sr}^{2+}$  ,  $\text{Ba}^{2+}$
- $\text{F}^{-}$  ,  $\text{Cl}^{-}$  ,  $\text{Br}^{-}$  ,  $\text{I}^{-}$
- $\text{S}^{2-}$  ,  $\text{SO}_4^{2-}$
- $\text{NO}_3^{-}$  ,  $\text{PO}_4^{3-}$
- $\text{CO}_3^{2-}$  , Oxalat  $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$  ,  $\text{SiO}_2$

***Kationen***

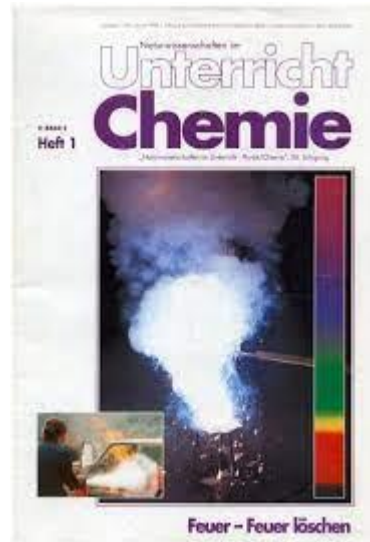
***Anionen***



# Kationen der 1. Hauptgruppe

## 4.1 Die Ionen der 1.Hauptgruppe

- $\text{Li}^+$ ,  $\text{Na}^+$  und  $\text{K}^+$  gehören alle der „löslichen Gruppe“ an
- Der einfachste Nachweis erfolgt über die Flammenfärbung, ist aber wegen seiner großen Empfindlichkeit (Spuren-Verunreinigungen!) etwas riskant




Li Na K

Magnesiastäbchen mit etwas verdünnter HCl anfeuchten, dann etwas Probensubstanz anbringen und in die Flamme des Bunsenbrenners halten

„Blitzen“: Probe mit etwas Magnesiumpulver vermengen und in die Flamme halten  
Vorsicht! Nur kleine Mengen!

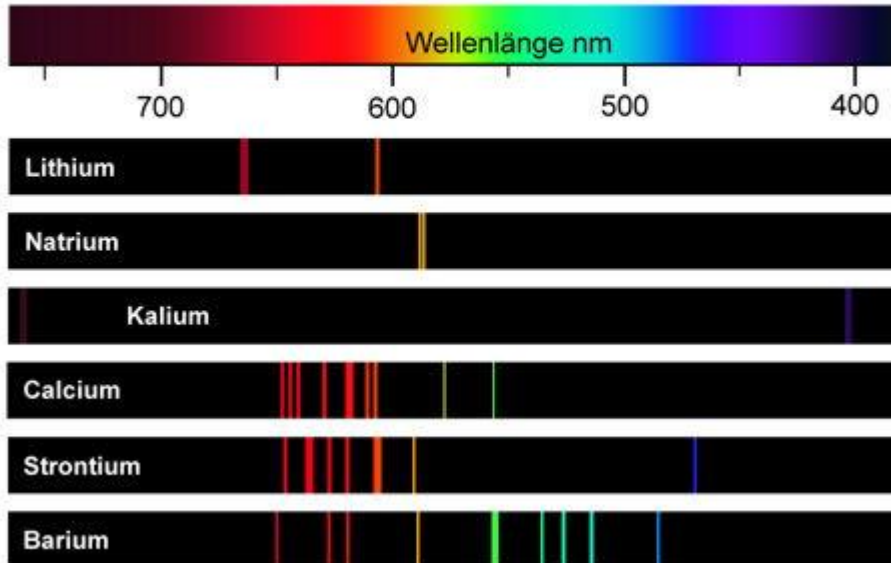
z.B.  $\text{KNO}_3 + \text{Mg}$  „pyrotechnische Mischung“

## Kationen der 1. Hauptgruppe

Hält man beispielsweise mit Salzsäure angefeuchtetes Natriumchlorid in eine Brennerflamme, verdampft zunächst das Wasser. Durch die Energie der Flamme werden die Elektronen einzelner Natrium-Ionen angeregt und besetzen unter Aufnahme von Energie ein höheres Energieniveau. Unter Aussendung von Licht verlassen die Elektronen wieder den angeregten Zustand. Im Spektroskop erscheint beim Natrium eine typische, gelborange Doppellinie bei 589 nm (einfache Spektroskope zeigen nur eine Linie, da sie die beiden Linien nicht auflösen können). Das Befeuchten mit Salzsäure oder die Zugabe von Ammoniumchlorid führt zur Entstehung von Chlor; dieses verhindert, dass die Salze in der Flamme zu Oxiden oxidieren, die nur schwer anregbar sind.

### Linienpektren der Alkali- und Erdalkalimetalle

Auswahl beobachtbarer Linien der Emissionsspektren



© Thomas Seilnacht

**Flammprobe:** Damit lassen sich die Atomsorten (der Elemente) bestimmen. Jedem Element kann mit Hilfe der **Flammenspektroskopie** ein typisches Linienspektrum zugeordnet werden. Die **Flammenfarben** kann man mit bloßem Auge beobachten, die Linien lassen sich mit einem Spektroskop beobachten, wenn man eine geringe Menge eines entsprechenden Metall-Salzes mit Hilfe eines Edelstahl- oder Magnesiastäbchens in eine rauschende Brennerflamme hält.

**Li:** zwei Linien bei 670,8 nm (rot) und 610,3 nm (gelb-orange) (Kobaltglas)

**Na:** gelborange Doppellinie bei 589 nm

**K:** intensivsten Linien bei 768,2 nm (rot) und 404,4 nm (violett) (Kobaltglas: rötliches Kaliumlicht)



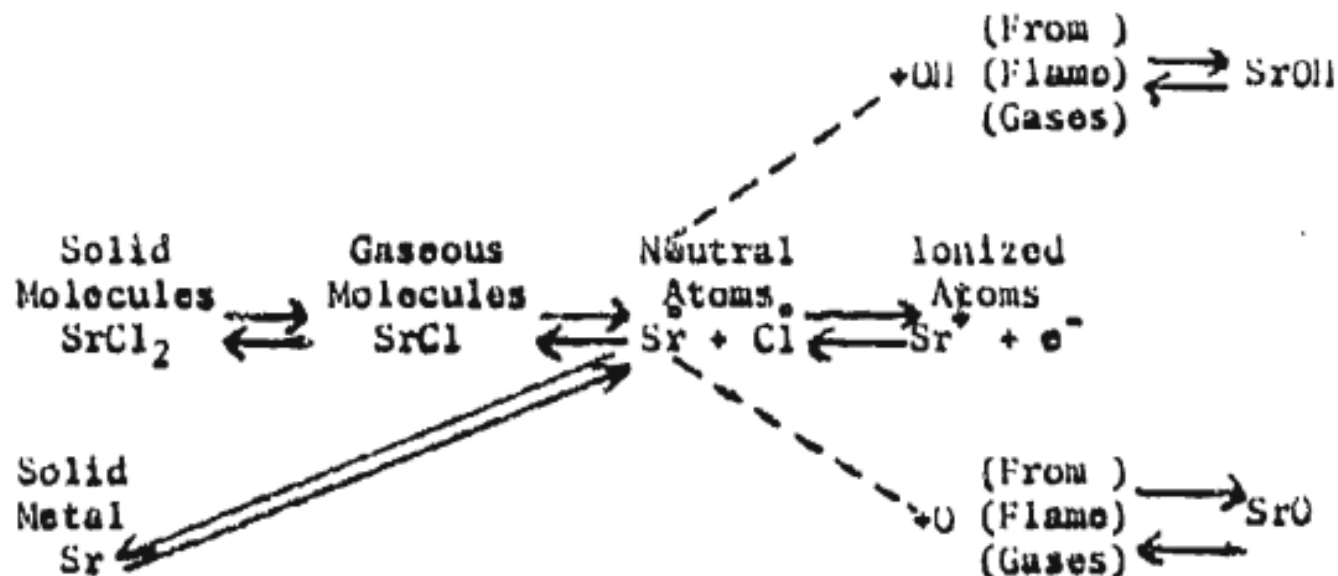
## Kationen der 1. Hauptgruppe

- Die Atome aller Alkalimetalle zeigen charakteristische Spektrallinien im sichtbaren Bereich. Verantwortlich dafür ist das "Leuchtelektron", also das ungepaarte Elektron im höchsten halbbesetzten  $s$ -Orbital. In einigen Fällen (Li, Na) geht die charakteristische Doppellinie auf einen  $ns \leftarrow (n + 1)p$ -Übergang zurück.
- Die betreffenden Spektrallinien liegen für Lithium (rot) und Natrium (gelb-orange) im sichtbaren Bereich, für Kalium im NIR. Im Falle des Natriums handelt es sich um die bekannte D-Linie bei 589 nm. Infolge des Elektronenspins treten Doppellinien auf (Spin-Bahn-Kopplung im Falle der  $p$ -Orbitale). Es handelt sich um erlaubte Übergänge (Auswahlregeln:  $\Delta l = \pm 1$ ,  $\Delta S = 0$ ).
- Kalium gibt eine violette Flammenfärbung, die prominenten Spektrallinien im sichtbaren Bereich liegen bei etwa 404 nm bzw. 405 nm. Da diese Flammenfärbung häufig durch die intensive gelbliche Flammenfärbung des Natriums überdeckt wird, verwendet man zur Beobachtung ein blaues Cobaltglas.

## Kationen der 1. Hauptgruppe

## Entstehung der Flammenfarbe

z.B.: grüne Flammenfarbe: nur  $\text{Sr}(\text{NO}_3)_2$  oder  $\text{Ba}(\text{NO}_3)_2$  in Flamme halten vs.  $\text{Sr}(\text{NO}_3)_2$  oder  $\text{Ba}(\text{NO}_3)_2$  mit  $\text{HCl}$  in Flamme halten



Siedepunkte und  
Zersetzungspunkte sind  
von Bedeutung!

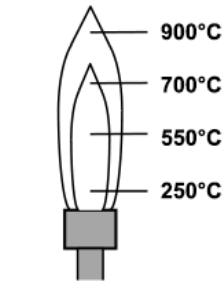
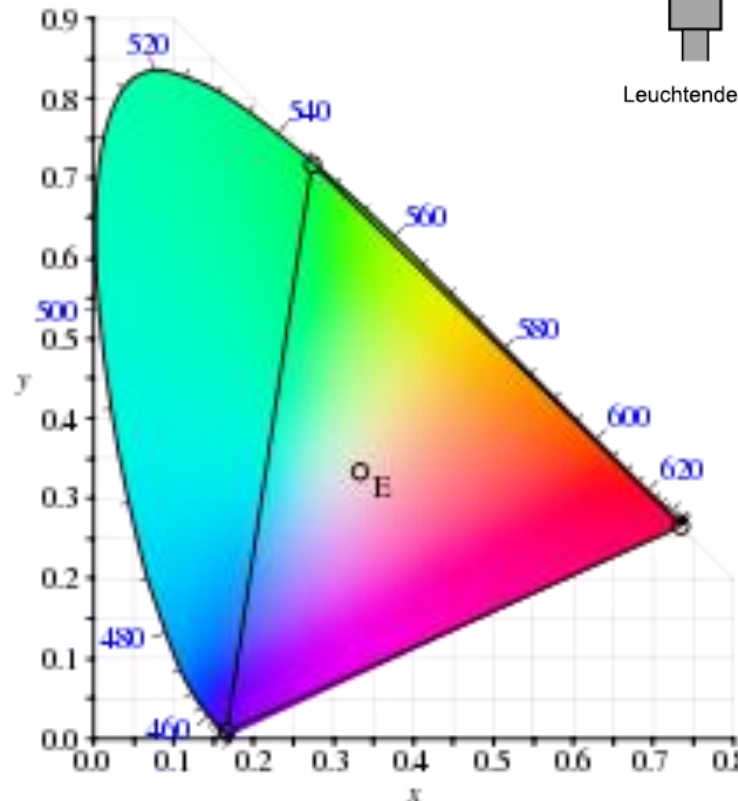


# Kationen der 1. Hauptgruppe

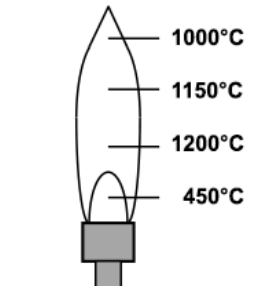
## Entstehung der Flammenfarbe

z.B.: grüne Flammenfarbe: nur  $\text{Ba}(\text{NO}_3)_2$  in Flamme halten vs.  $\text{Ba}(\text{NO}_3)_2$  mit HCl in Flamme halten

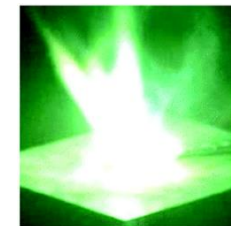
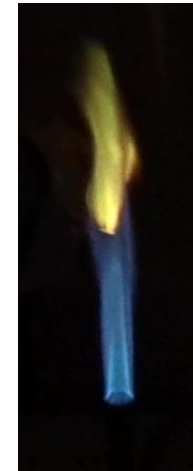
Element	Emitting species	Wavelength [nm]	Color	Compounds
lithium	atomic Li	670.8	red	$\text{LiNO}_3, \text{LiClO}_3$
		497	blue-green	
		460	blue	
		427, 413	violet	
strontium	SrCl	675.6, 674.5, 662.0, 661.4	red	$\text{Sr}(\text{NO}_3)_2, \text{SrCO}_3$
	SrCl	648.5, 636.2, 623.9	orange	
	SrCl	400.9, 396.1, 393.7	violet	
	SrOH	682.0, 667.5, 659.0	red	
	SrOH	646.0, 605.0	orange	
	atomic Sr	460.7	blue	
sodium	atomic Na	589.6, 589.0	yellow	$\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4, \text{NaCl}, \text{NaCO}_3$
barium	BaCl	649	red	$\text{Ba}(\text{NO}_3)_2, \text{Ba}(\text{ClO}_3)_2, \text{BaSO}_4, \text{BaO}$
	BaCl	532.1, 524.1, 516.2, 513.8, 507	green	
	BaOH	512	green	
	BaOH	487	blue-green	
	BaO	629, 622, 617, 610, 604	orange	
	atomic Ba	660	red	
atomic Ba	553.5	green		
copper	CuCl	428–452, 476–488	violet, blue	$\text{Cu}, \text{CuO}, \text{CuSO}_4, \text{CuS}, (\text{NH}_4)_2\text{Cu}(\text{SO}_4)_2, \text{Cu}(\text{C}_2\text{H}_3\text{O}_2)_2$
	CuOH		green	
	CuO		red	



Leuchtende Flamme

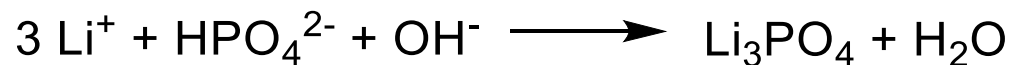


Nicht leuchtende Flamme (rauschende Flamme)



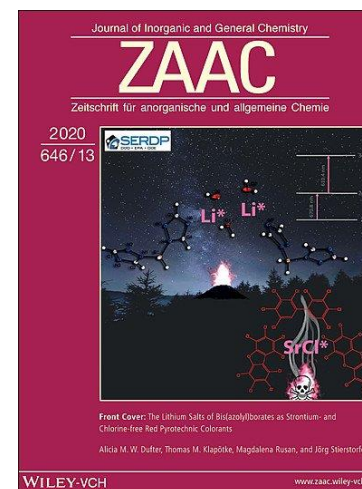
## Lithium

- Ähnlichkeiten mit Mg („Schrägbeziehung“)
- Meisten Li-Salze hygroskopisch
- In der Natur hauptsächlich als Silikat oder Phosphat
- Schwerlöslich sind LiF, Li<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>, Li<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>
- Nachweis durch Fällung von Phosphat im Alkalischen:  
→ Lösung aus Dinatriumhydrogenphosphat, die z.B. mit NaOH versetzt wurde, erhitzen, wobei Lithiumphosphat ausfällt



Farbloser Niederschlag

Leicht löslich in Säure → Lösung muss alkalisch sein



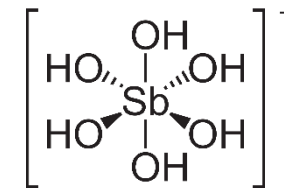


## Natrium

- Viele mineralische Vorkommen in der Natur, jedoch für Nachweisreaktionen keine geeigneten Vorbilder (entweder Löslichkeit zu groß – NaCl, NaNO<sub>3</sub>, Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> - oder zu komplex für Analytik – Feldspate)
- Als Fällungsform geeignet ist Natriumhexahydroxoantimonat(V) Na[Sb(OH)<sub>6</sub>] allerdings ist vorherige Abtrennung aller anderen Ionen außer K<sup>+</sup> im Trennungsgang erforderlich!

→ Na[Sb(OH)<sub>6</sub>] ist im Gegensatz zum entsprechenden Kaliumsalz schwer löslich

- Reaktion ausgehend von Sb(V) – Kaliumantimonat K[Sb(OH)<sub>6</sub>]
- Lösung muss schwach alkalisch sein, sonst fällt amorphe Antimonsäure aus
- Lösung darf keine NH<sub>4</sub><sup>+</sup> - Ionen enthalten, da sonst auch amorphe Antimonsäure ausfällt
- Lösung darf nicht zu verdünnt sein



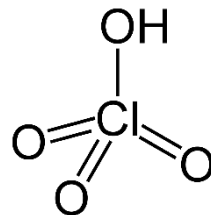


## Kalium

- Auch beim Kalium lässt sich aus den mineralischen Vorkommen kein analytisch brauchbarer Hinweis auf schwerlösliche Verbindungen erhalten
- Aufgrund der ähnlichen Größe werden alle Fällungsreaktionen des  $K^+$  von  $NH_4^+$  gestört!
- Am besten geeignet ist die Fällung von  $KClO_4$  aus saurer Lösung - spezifisch, aber nicht sehr empfindlich
  - Mikroreaktion am besten geeignet: z.B. auf Objektträger
  - Analysesubstanz mit etwas HCl erhitzen, filtrieren und das Filtrat mit Perchlorsäure  $HClO_4$  versetzen  
→ Kaliumperchlorat  $KClO_4$  fällt aus



farbloser Niederschlag



- Supersäure
- hochreaktiv
- wasserfreie  $HClO_4$  explosiv bei Raumtemperatur
- $HClO_4$  mit 50% Massenanteil explosiv beim Erwärmen

