

# 1.Seminar: Einführung

LA-AGP 2020

# Gliederung

Einleitung

Begriffsdefinitionen

Qualitative Analyse

Vorproben

Nachweise aus der Ursubstanz

$\text{NH}_4^+$ -Nachweis

Kationen-Trennungsgang

1. Analyse

Sonstiges

Literatur

# Einleitung

Analytische Chemie (allgemein):

Identifizierung (qualitativ) und Mengenbestimmung (quantitativ)  
von chemischen Substanzen (Analyten).

# Einleitung

Analytische Chemie (allgemein):

Identifizierung (qualitativ) und Mengenbestimmung (quantitativ)  
von chemischen Substanzen (Analyten).

Womit beschäftigen wir uns im Praktikum:

# Einleitung

Analytische Chemie (allgemein):

Identifizierung (qualitativ) und Mengenbestimmung (quantitativ)  
von chemischen Substanzen (Analyten).

Womit beschäftigen wir uns im Praktikum:

- ▶ Hauptsächlich anorganische Substanzen

# Einleitung

## Analytische Chemie (allgemein):

Identifizierung (qualitativ) und Mengenbestimmung (quantitativ) von chemischen Substanzen (Analyten).

## Womit beschäftigen wir uns im Praktikum:

- ▶ Hauptsächlich anorganische Substanzen
- ▶ Qualitative Analytik (I)  
Was ist drin?

# Einleitung

## Analytische Chemie (allgemein):

Identifizierung (qualitativ) und Mengenbestimmung (quantitativ) von chemischen Substanzen (Analyten).

## Womit beschäftigen wir uns im Praktikum:

- ▶ Hauptsächlich anorganische Substanzen
- ▶ Qualitative Analytik (I)  
Was ist drin?
- ▶ Quantitative Analytik (II)  
Wie viel ist drin? Stoffmenge [mol] bzw. Masse [mg]

# Einleitung

## Analytische Chemie (allgemein):

Identifizierung (qualitativ) und Mengenbestimmung (quantitativ) von chemischen Substanzen (Analyten).

## Womit beschäftigen wir uns im Praktikum:

- ▶ Hauptsächlich anorganische Substanzen
- ▶ Qualitative Analytik (I)  
Was ist drin?
- ▶ Quantitative Analytik (II)  
Wie viel ist drin? Stoffmenge [mol] bzw. Masse [mg]
- ▶ Präparat (III)  
Wie stellt man einen Stoff nach Anleitung her?

## Qualitativ (I):

## Qualitativ (I):

- ▶ Kationen- und Anionen-Trennungsgänge

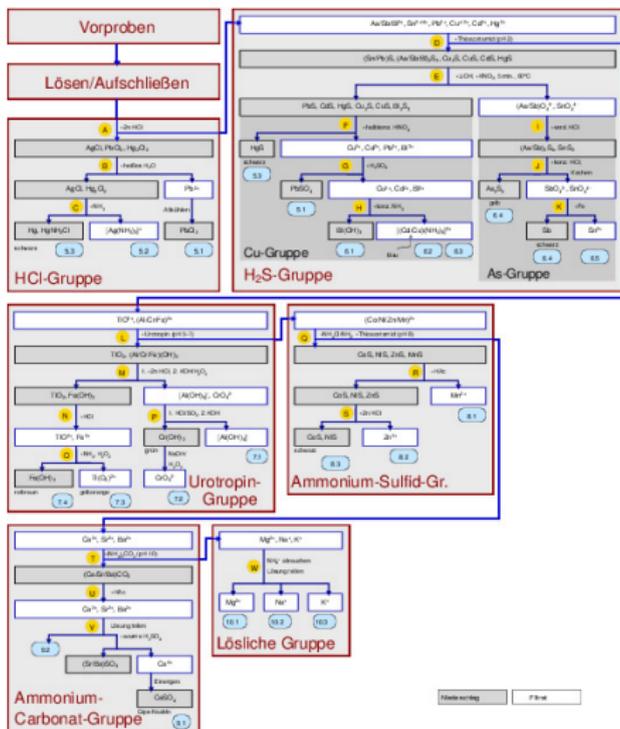
## Qualitativ (I):

- ▶ Kationen- und Anionen-Trennungsgänge
- ▶ Analyten liegen vorwiegend in ionischer Form in Lösung vor.  
⇒ Nachweis erfolgt aus Lösung, ggf. Lösen!

## Qualitativ (I):

- ▶ Kationen- und Anionen-Trennungsgänge
- ▶ Analyten liegen vorwiegend in ionischer Form in Lösung vor.  
⇒ Nachweis erfolgt aus Lösung, ggf. Lösen!
- ▶ 3 × Analyse von Kationen-Einzelgruppen  
⇒ wichtige Hinweise dazu s. Skript Kapitel 2

# Kationentrennungsgang



## Qualitativ (I):

- ▶ Kationen- und Anionen-Trennungsgänge
- ▶ Analyten liegen vorwiegend in ionischer Form in Lösung vor.  
⇒ Nachweis erfolgt aus Lösung, ggf. Lösen nötig!
- ▶ 3 × Einzel-Gruppen Kationen  
⇒ wichtige Hinweise dazu s. Skript Kapitel 2

## Qualitativ (I):

- ▶ Kationen- und Anionen-Trennungsgänge
- ▶ Analyten liegen vorwiegend in ionischer Form in Lösung vor.  
⇒ Nachweis erfolgt aus Lösung, ggf. Lösen nötig!
- ▶ 3 × Einzel-Gruppen Kationen  
⇒ wichtige Hinweise dazu s. Skript Kapitel 2
- ▶ Anionen-Analyse (Analyse 2)

## Qualitativ (I):

- ▶ Kationen- und Anionen-Trennungsgänge
- ▶ Analyten liegen vorwiegend in ionischer Form in Lösung vor.  
⇒ Nachweis erfolgt aus Lösung, ggf. Lösen nötig!
- ▶ 3 × Einzel-Gruppen Kationen  
⇒ wichtige Hinweise dazu s. Skript Kapitel 2
- ▶ Anionen-Analyse (Analyse 2)
- ▶ vollständiger Trennungsgang (“Vollanalyse“, Nr. 5)

## Qualitativ (I):

- ▶ Kationen- und Anionen-Trennungsgänge
- ▶ Analyten liegen vorwiegend in ionischer Form in Lösung vor.  
⇒ Nachweis erfolgt aus Lösung, ggf. Lösen nötig!
- ▶ 3 × Einzel-Gruppen Kationen  
⇒ wichtige Hinweise dazu s. Skript Kapitel 2
- ▶ Anionen-Analyse (Analyse 2)
- ▶ vollständiger Trennungsgang ("Vollanalyse", Nr. 5)

## Quantitativ (II):

- ▶ Titrations (Acidimetrie, Komplexometrie, Manganometrie)

## Qualitativ (I):

- ▶ Kationen- und Anionen-Trennungsgänge
- ▶ Analyten liegen vorwiegend in ionischer Form in Lösung vor.  
⇒ Nachweis erfolgt aus Lösung, ggf. Lösen nötig!
- ▶ 3 × Einzel-Gruppen Kationen  
⇒ wichtige Hinweise dazu s. Skript Kapitel 2
- ▶ Anionen-Analyse (Analyse 2)
- ▶ vollständiger Trennungsgang ("Vollanalyse", Nr. 5)

## Quantitativ (II):

- ▶ Titrations (Acidimetrie, Komplexometrie, Manganometrie)
- ▶ Fällung (Gravimetrie)

## Qualitativ (I):

- ▶ Kationen- und Anionen-Trennungsgänge
- ▶ Analyten liegen vorwiegend in ionischer Form in Lösung vor.  
⇒ Nachweis erfolgt aus Lösung, ggf. Lösen nötig!
- ▶ 3 × Einzel-Gruppen Kationen  
⇒ wichtige Hinweise dazu s. Skript Kapitel 2
- ▶ Anionen-Analyse (Analyse 2)
- ▶ vollständiger Trennungsgang ("Vollanalyse", Nr. 5)

## Quantitativ (II):

- ▶ Titrations (Acidimetrie, Komplexometrie, Manganometrie)
- ▶ Fällung (Gravimetrie)

## Präparat (III):

Cobaltferrit, Mangan-dotiertes Zinksulfid,  
Tetramminkupfer(II)-sulfatmonohydrat

Einteilung s. Skript Kapitel 1

# Begriffsdefinitionen

- ▶ Spatelspitze
- ▶ Filtrat (Überstand) vs. Niederschlag
- ▶ Eindampfen
- ▶ Einengen
- ▶ gelindes Erwärmen
- ▶ Austreiben
- ▶ Räuchern
- ▶ Blind- bzw. Vergleichsprobe
- ▶ Vollständigkeit
- ▶ ...

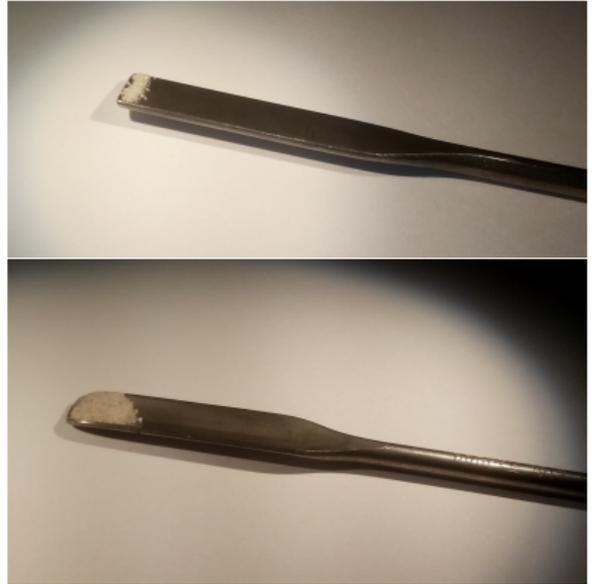
# Spatelspitze

- ▶ Anweisung:  
*... mit einer Spatelspitze der  
Ursubstanz. . .*



# Spatelspitze

- ▶ Anweisung:  
*... mit einer Spatelspitze der  
Ursubstanz. . .*
- ▶ unpräzise Einheit



## Filtrat (Überstand) vs. Niederschlag

- ▶ Fällung eines gelösten Stoffes aus einer Lösung durch Zugabe eines geeigneten Reagenz.



## Filtrat (Überstand) vs. Niederschlag

- ▶ Fällung eines gelösten Stoffes aus einer Lösung durch Zugabe eines geeigneten Reagenz.
- ▶ ehemals gelöster Stoff geht in eine unlösliche Form über  
**Trennungsgänge, Gravimetrie**



## Filtrat (Überstand) vs. Niederschlag

- ▶ Fällung eines gelösten Stoffes aus einer Lösung durch Zugabe eines geeigneten Reagenz.
- ▶ ehemals gelöster Stoff geht in eine unlösliche Form über  
**Trennungsgänge, Gravimetrie**
- ▶ Niederschlag (Nds) = aus einer Flüssigkeit abgeschiedener Feststoff.



## Filtrat (Überstand) vs. Niederschlag

- ▶ Fällung eines gelösten Stoffes aus einer Lösung durch Zugabe eines geeigneten Reagenz.
- ▶ ehemals gelöster Stoff geht in eine unlösliche Form über  
**Trennungsgänge, Gravimetrie**
- ▶ Niederschlag (Nds) = aus einer Flüssigkeit abgeschiedener Feststoff.
- ▶ Überstand = über dem Niederschlag stehende Lösung.



# Eindampfen

- ▶ Anweisung: Eindampfen  $\neq$  Rösten

# Eindampfen

- ▶ Anweisung: Eindampfen  $\neq$  Rösten
- ▶ Abtrennen/Entfernen von Lösungsmittel (LM) durch Erhitzen (über den Siedepunkt des LM) der Lösung (Lsg.).

# Eindampfen

- ▶ Anweisung: Eindampfen  $\neq$  Rösten
- ▶ Abtrennen/Entfernen von Lösungsmittel (LM) durch Erhitzen (über den Siedepunkt des LM) der Lösung (Lsg.).
- ▶ Vorgehen: Lsg. in eine Abdampfschale (große Oberfläche, möglichst flach) geben, Wärme zuführen, offen an Luft LM verdampfen lassen.

# Eindampfen

- ▶ Anweisung: Eindampfen  $\neq$  Rösten
- ▶ Abtrennen/Entfernen von Lösungsmittel (LM) durch Erhitzen (über den Siedepunkt des LM) der Lösung (Lsg.).
- ▶ Vorgehen: Lsg. in eine Abdampfschale (große Oberfläche, möglichst flach) geben, Wärme zuführen, offen an Luft LM verdampfen lassen.
- ▶ wenn LM entfernt ist, **nicht weiter erhitzen**.

# Eindampfen

- ▶ Anweisung: Eindampfen  $\neq$  Rösten
- ▶ Abtrennen/Entfernen von Lösungsmittel (LM) durch Erhitzen (über den Siedepunkt des LM) der Lösung (Lsg.).
- ▶ Vorgehen: Lsg. in eine Abdampfschale (große Oberfläche, möglichst flach) geben, Wärme zuführen, offen an Luft LM verdampfen lassen.
- ▶ wenn LM entfernt ist, **nicht weiter erhitzen**.
- ▶ Bsp.: Schritt (T) des Kationen-Trennungsgangs

# Einengen

- ▶ Anweisung: Einengen

# Einengen

- ▶ Anweisung: Einengen
- ▶ Konzentration des gelösten Stoffes in der Lsg. erhöhen durch unvollständiges Eindampfen.

# Einengen

- ▶ Anweisung: Einengen
- ▶ Konzentration des gelösten Stoffes in der Lsg. erhöhen durch unvollständiges Eindampfen.
- ▶ Vorgehen: s. Eindampfen, ABER das LM nicht vollständig entfernen!  
Manchmal reicht gelindes Erwärmen

# Einengen

- ▶ Anweisung: Einengen
- ▶ Konzentration des gelösten Stoffes in der Lsg. erhöhen durch unvollständiges Eindampfen.
- ▶ Vorgehen: s. Eindampfen, ABER das LM nicht vollständig entfernen!  
Manchmal reicht gelindes Erwärmen
- ▶ Bsp.: Schritt (B) des Kationen-Trennungsgangs

## gelindes Erwärmen

- ▶ Anweisung: gelindes Erwärmen

## gelindes Erwärmen

- ▶ Anweisung: gelindes Erwärmen
- ▶ Eine Lsg. wird vorsichtig/langsam auf eine Temperatur weit unter dem Siedepunkt des LM erwärmt.

## gelindes Erwärmen

- ▶ Anweisung: gelindes Erwärmen
- ▶ Eine Lsg. wird vorsichtig/langsam auf eine Temperatur weit unter dem Siedepunkt des LM erwärmt.
- ▶ Vorgehen: Lsg. im Reagenzglas (RG) im Wasserbad oder vorsichtig über der Brennerflamme erwärmen  
**keine Zentrifugengläser in die Flamme halten!**

## gelindes Erwärmen

- ▶ Anweisung: gelindes Erwärmen
- ▶ Eine Lsg. wird vorsichtig/langsam auf eine Temperatur weit unter dem Siedepunkt des LM erwärmt.
- ▶ Vorgehen: Lsg. im Reagenzglas (RG) im Wasserbad oder vorsichtig über der Brennerflamme erwärmen  
**keine Zentrifugengläser in die Flamme halten!**
- ▶ Bsp.: Entfärben der Lsg. bei der manganometrischen Bestimmung von Fe

# Austreiben

- ▶ Anweisung: Austreiben/Vertreiben/Abrauchen

# Austreiben

- ▶ Anweisung: Austreiben/Vertreiben/Abrauchen
- ▶ Entfernung von gelösten Gasen aus einer Lsg. durch Erhitzen der Lsg.

# Austreiben

- ▶ Anweisung: Austreiben/Vertreiben/Abrauchen
- ▶ Entfernung von gelösten Gasen aus einer Lsg. durch Erhitzen der Lsg.
- ▶ Vorgehen: s. Eindampfen. Regelmäßig prüfen, ob sich das Gas schon verflüchtigt hat.

# Austreiben

- ▶ Anweisung: Austreiben/Vertreiben/Abrauchen
- ▶ Entfernung von gelösten Gasen aus einer Lsg. durch Erhitzen der Lsg.
- ▶ Vorgehen: s. Eindampfen. Regelmäßig prüfen, ob sich das Gas schon verflüchtigt hat.
- ▶ Bsp.: Schritt (W) des Kationen-Trennungsgangs.

# Austreiben

- ▶ Anweisung: Austreiben/Vertreiben/Abrauchen
- ▶ Entfernung von gelösten Gasen aus einer Lsg. durch Erhitzen der Lsg.
- ▶ Vorgehen: s. Eindampfen. Regelmäßig prüfen, ob sich das Gas schon verflüchtigt hat.
- ▶ Bsp.: Schritt (W) des Kationen-Trennungsgangs.
- ▶ Bsp.:  $\text{SO}_2$  vertreiben bei der manganometrischen Bestimmung von Fe.

# Räuchern

- ▶ Anweisung: ... über konzentriertem  $\text{NH}_3$  geräuchert ...

# Räuchern

- ▶ Anweisung: ... über konzentriertem  $\text{NH}_3$  geräuchert ...
- ▶ Ein Feststoff soll deprotoniert werden. Substanz wird den Dämpfen/Gasen (z.B.  $\text{NH}_3$ ) ausgesetzt.

# Räuchern

- ▶ Anweisung: ... über konzentriertem  $\text{NH}_3$  geräuchert ...
- ▶ Ein Feststoff soll deprotoniert werden. Substanz wird den Dämpfen/Gasen (z.B.  $\text{NH}_3$ ) ausgesetzt.
- ▶ Vorgehen: Probelösung wird auf ein Filterpapier aufgebracht. In ein Becherglas wird etwas  $\text{NH}_3$  konz. gegeben. Das Filterpapier wird auf das Becherglas gelegt und für kurze Zeit dort belassen. **Erhitzen ist dabei nicht notwendig.**

# Räuchern

- ▶ Anweisung: ... über konzentriertem  $\text{NH}_3$  geräuchert ...
- ▶ Ein Feststoff soll deprotoniert werden. Substanz wird den Dämpfen/Gasen (z.B.  $\text{NH}_3$ ) ausgesetzt.
- ▶ Vorgehen: Probelösung wird auf ein Filterpapier aufgebracht. In ein Becherglas wird etwas  $\text{NH}_3$  konz. gegeben. Das Filterpapier wird auf das Becherglas gelegt und für kurze Zeit dort belassen. **Erhitzen ist dabei nicht notwendig.**
- ▶ Bsp.: Nachweis von  $\text{Sn}^{2+}$  mit Morin.

## Blind- bzw. Vergleichsprobe

- ▶ Anweisung: Vergleichsprobe/Blindprobe
- ▶ Test, ob die Nachweisreaktion funktioniert (und ggf. ob die Chemikalien frisch sind!)

## Blind- bzw. Vergleichsprobe

- ▶ Anweisung: Vergleichsprobe/Blindprobe
- ▶ Test, ob die Nachweisreaktion funktioniert (und ggf. ob die Chemikalien frisch sind!)
- ▶ positive Vergleichsprobe: mit Lsg. der nachzuweisenden Substanz in  $H_2O$ .  
**Nachweis muss positiv sein**

## Blind- bzw. Vergleichsprobe

- ▶ Anweisung: Vergleichsprobe/Blindprobe
- ▶ Test, ob die Nachweisreaktion funktioniert (und ggf. ob die Chemikalien frisch sind!)
- ▶ positive Vergleichsprobe: mit Lsg. der nachzuweisenden Substanz in  $H_2O$ .  
**Nachweis muss positiv sein**
- ▶ negative Vergleichsprobe (Blindprobe): mit destilliertem Wasser.  
**Nachweis muss negativ sein**

## Blind- bzw. Vergleichsprobe

- ▶ Anweisung: Vergleichsprobe/Blindprobe
- ▶ Test, ob die Nachweisreaktion funktioniert (und ggf. ob die Chemikalien frisch sind!)
- ▶ positive Vergleichsprobe: mit Lsg. der nachzuweisenden Substanz in  $H_2O$ .  
**Nachweis muss positiv sein**
- ▶ negative Vergleichsprobe (Blindprobe): mit destilliertem Wasser.  
**Nachweis muss negativ sein**
- ▶ Vorgehen: Die Nachweisreaktion wird an drei unterschiedlichen Lösungen getestet:
  1. positive Vergleichsprobe
  2. negative Vergleichsprobe
  3. zu analysierende Lsg.Anhand der Vergleichsproben Beurteilung einfacher.

## Blind- bzw. Vergleichsprobe

- ▶ Anweisung: Vergleichsprobe/Blindprobe
- ▶ Test, ob die Nachweisreaktion funktioniert (und ggf. ob die Chemikalien frisch sind!)
- ▶ positive Vergleichsprobe: mit Lsg. der nachzuweisenden Substanz in  $\text{H}_2\text{O}$ .  
**Nachweis muss positiv sein**
- ▶ negative Vergleichsprobe (Blindprobe): mit destilliertem Wasser.  
**Nachweis muss negativ sein**
- ▶ Vorgehen: Die Nachweisreaktion wird an drei unterschiedlichen Lösungen getestet:
  1. positive Vergleichsprobe
  2. negative Vergleichsprobe
  3. zu analysierende Lsg.Anhand der Vergleichsproben Beurteilung einfacher.
- ▶ Bsp.: NW von  $\text{Zn}^{+II}$  als Rinmans Grün.

## Auf Vollständigkeit überprüfen

- ▶ Anweisung: Die Fällung wird auf Vollständigkeit überprüft

## Auf Vollständigkeit überprüfen

- ▶ Anweisung: Die Fällung wird auf Vollständigkeit überprüft
- ▶ Test, ob alle auszufällenden Analyten vollständig als Niederschlag vorliegen

## Auf Vollständigkeit überprüfen

- ▶ Anweisung: Die Fällung wird auf Vollständigkeit überprüft
- ▶ Test, ob alle auszufällenden Analyten vollständig als Niederschlag vorliegen
- ▶ Vorgehen: Nach dem ersten Ausfällen des Nds. wird der Überstand abgenommen und erneut mit Fällungsreagenz versetzt

## Auf Vollständigkeit überprüfen

- ▶ Anweisung: Die Fällung wird auf Vollständigkeit überprüft
- ▶ Test, ob alle auszufällenden Analyten vollständig als Niederschlag vorliegen
- ▶ Vorgehen: Nach dem ersten Ausfällen des Nds. wird der Überstand abgenommen und erneut mit Fällungsreagenz versetzt
- ▶ Dieser Schritt wird so oft wiederholt, bis nichts mehr ausfällt

## Auf Vollständigkeit überprüfen

- ▶ Anweisung: Die Fällung wird auf Vollständigkeit überprüft
- ▶ Test, ob alle auszufällenden Analyten vollständig als Niederschlag vorliegen
- ▶ Vorgehen: Nach dem ersten Ausfällen des Nds. wird der Überstand abgenommen und erneut mit Fällungsreagenz versetzt
- ▶ Dieser Schritt wird so oft wiederholt, bis nichts mehr ausfällt
- ▶ Bsp.: jeder Schritt des Trennungsgangs, bei dem Analyten ausgefällt werden

# Qualitative Analyse

Gang der (Voll-)Analyse:

1. Probe anschauen

# Qualitative Analyse

Gang der (Voll-)Analyse:

1. Probe anschauen
2. Probe homogenisieren (Feststoffe mörsern, Lsg. solange schütteln bis keine Schlieren mehr auftreten)

# Qualitative Analyse

Gang der (Voll-)Analyse:

1. Probe anschauen
2. Probe homogenisieren (Feststoffe mörsern, Lsg. solange schütteln bis keine Schlieren mehr auftreten)
3. Vorproben & NW aus der Ursubstanz

# Qualitative Analyse

Gang der (Voll-)Analyse:

1. Probe anschauen
2. Probe homogenisieren (Feststoffe mörsern, Lsg. solange schütteln bis keine Schlieren mehr auftreten)
3. Vorproben & NW aus der Ursubstanz
4. Lösungsversuche

# Qualitative Analyse

Gang der (Voll-)Analyse:

1. Probe anschauen
2. Probe homogenisieren (Feststoffe mörsern, Lsg. solange schütteln bis keine Schlieren mehr auftreten)
3. Vorproben & NW aus der Ursubstanz
4. Lösungsversuche
5. Aufschlussverfahren

# Qualitative Analyse

Gang der (Voll-)Analyse:

1. Probe anschauen
2. Probe homogenisieren (Feststoffe mörsern, Lsg. solange schütteln bis keine Schlieren mehr auftreten)
3. Vorproben & NW aus der Ursubstanz
4. Lösungsversuche
5. Aufschlussverfahren

# Qualitative Analyse

Gang der (Voll-)Analyse:

1. Probe anschauen
2. Probe homogenisieren (Feststoffe mörsern, Lsg. solange schütteln bis keine Schlieren mehr auftreten)
3. Vorproben & NW aus der Ursubstanz
4. Lösungsversuche
5. Aufschlussverfahren
  - ▶ Sodaauszug
  - ▶ Anionen-Trennungsgang aus dem Überstand des Sodaauszugs  
Anionen-Nachweise
  - ▶ Kationentrennungsgang  
Kationen-Nachweise

Dokumentation

# Qualitative Analyse

Gang der (Voll-)Analyse:

1. Probe anschauen
2. Probe homogenisieren (Feststoffe mörsern, Lsg. solange schütteln bis keine Schlieren mehr auftreten)
3. Vorproben & NW aus der Ursubstanz
4. Lösungsversuche
5. Aufschlussverfahren
  - ▶ Sodaauszug
  - ▶ Anionen-Trennungsgang aus dem Überstand des Sodaauszugs  
Anionen-Nachweise
  - ▶ Kationentrennungsgang  
Kationen-Nachweise  
Dokumentation

# Vorproben

s. Skript Kap. 3.1

- ▶ Vorproben geben Hinweis auf An- oder Abwesenheit von Ionen, sind **nur unter bestimmten Bedingungen echte NW**

# Vorproben

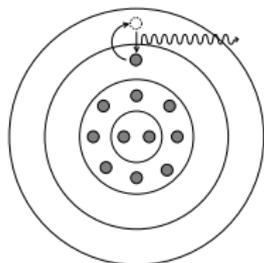
s. Skript Kap. 3.1

- ▶ Vorproben geben Hinweis auf An- oder Abwesenheit von Ionen, sind **nur unter bestimmten Bedingungen echte NW**

1. Flammenfärbung
2. Borax- oder Phosphorsalzperle
3. Oxidationsschmelze
4. Anionen:  
 $\text{CO}_3^{2-}$ ;  $\text{O}_2^{2-}$

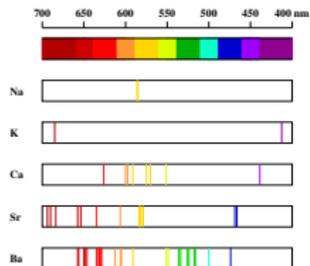
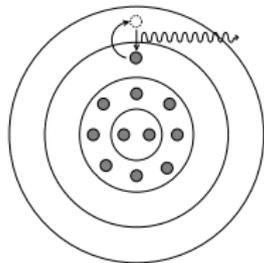
# Flammenfärbung

- ▶ Alle Elemente (atomar, ionisch) emittieren im angeregten Zustand (thermisch, elektrisch) Licht bestimmter Wellenlängen.



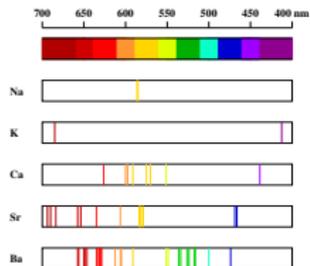
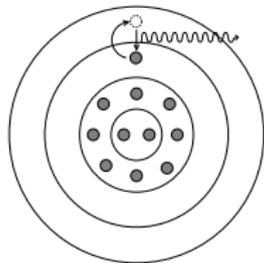
# Flammenfärbung

- ▶ Alle Elemente (atomar, ionisch) emittieren im angeregten Zustand (thermisch, elektrisch) Licht bestimmter Wellenlängen.
- ▶ Licht lässt sich durch ein Prisma in Spektrallinien aufspalten, die für jedes Element charakteristisch sind.



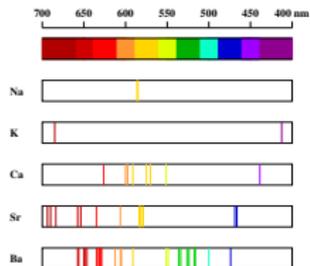
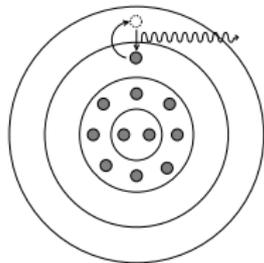
# Flammenfärbung

- ▶ Alle Elemente (atomar, ionisch) emittieren im angeregten Zustand (thermisch, elektrisch) Licht bestimmter Wellenlängen.
- ▶ Licht lässt sich durch ein Prisma in Spektrallinien aufspalten, die für jedes Element charakteristisch sind.
- ▶ Anregungsbedingungen verschieden, für einige Metallsalze (z.B. Alkali- und Erdalkalimetallchloride) genügt die Temperatur der Bunsenbrennerflamme.



# Flammenfärbung

- ▶ Alle Elemente (atomar, ionisch) emittieren im angeregten Zustand (thermisch, elektrisch) Licht bestimmter Wellenlängen.
- ▶ Licht lässt sich durch ein Prisma in Spektrallinien aufspalten, die für jedes Element charakteristisch sind.
- ▶ Anregungsbedingungen verschieden, für einige Metallsalze (z.B. Alkali- und Erdalkalimetallchloride) genügt die Temperatur der Bunsenbrennerflamme.
- ▶ Farben können sich gegenseitig überdecken (z.B Na-gelb sehr intensiv  $\Rightarrow$  Kobaltglas).



# Flammenfärbung

1. Analysesubstanz mit einigen Tropfen konz. HCl versetzen.

## Flammenfärbung

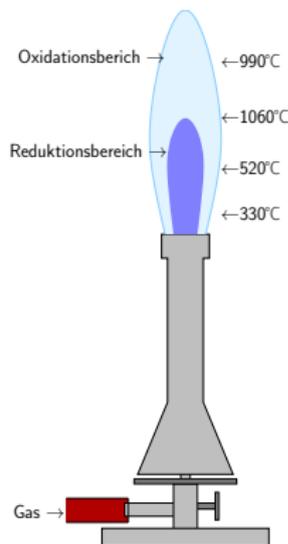
1. Analysesubstanz mit einigen Tropfen konz. HCl versetzen.
2. sauberes ausgeglühtes Magnesiastäbchen in die Lsg. tauchen.

# Flammenfärbung

1. Analysesubstanz mit einigen Tropfen konz. HCl versetzen.
2. sauberes ausgeglühtes Magnesiastäbchen in die Lsg. tauchen.
3. Stäbchen in die Brennerflamme halten, Beobachtung dokumentieren.

Farben: s. JB+Skript

$\text{Na}^+$	gelb
$\text{K}^+$	fahlviolett + Kobaltglas: karminrot
$\text{Ca}^{2+}$	ziegelrot
$\text{Sr}^{2+}$	tiefrot
$\text{Ba}^{2+}$	grün
$\text{Cu}^{2+}$	blaugrün

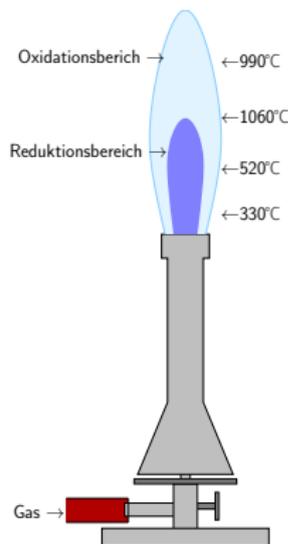


# Flammenfärbung

1. Analysesubstanz mit einigen Tropfen konz. HCl versetzen.
2. sauberes ausgeglühtes Magnesiastäbchen in die Lsg. tauchen.
3. Stäbchen in die Brennerflamme halten, Beobachtung dokumentieren.
4. Magnesiastäbchen mit konz. HCl abspülen oder ggf. abbrechen, wieder ausglühen.

Farben: s. **JB+Skript**

$\text{Na}^+$	gelb
$\text{K}^+$	fahlviolett + <b>Kobaltglas: karminrot</b>
$\text{Ca}^{2+}$	ziegelrot
$\text{Sr}^{2+}$	tiefrot
$\text{Ba}^{2+}$	grün
$\text{Cu}^{2+}$	blaugrün



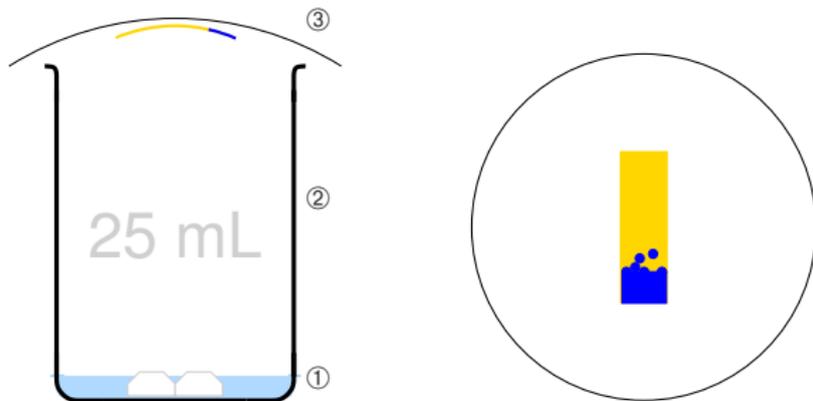
# Nachweise aus der Ursubstanz

## s. Skript Kap. 3.1

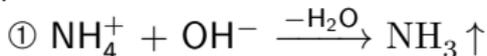
- ▶ spezifische Nachweise, die aus der Ursubstanz durchgeführt werden können, da keine anderen Ionen die Reaktion stören.
1.  $\text{NH}_4^+$ -Nachweis über Basizität des  $\text{NH}_3$
  2. Marsh-Probe auf As & Sb
  3. Leuchtprobe auf Sn
  4. Pfennig-Probe auf Hg
  5. Anionen:  
 $\text{CO}_3^{2-}$ ;  $\text{BO}_3^{3-}$ ; Wassertropfen-Probe:  $\text{SiO}_4^{4-}$

## $\text{NH}_4^+$ -Nachweis über Basizität des $\text{NH}_3$

s. Skript Kap. 10.4



- ▶  $\text{NH}_4^+$ -Ionen durch starke Basen als  $\text{NH}_3$  austreibbar.



②  $\text{NH}_3$  steigt auf

③  $\text{NH}_3 + \text{H}_2\text{O} \longrightarrow \text{NH}_4^+ + \text{OH}^-$  (Blaufärbung des pH-Papiers)

# Kationen-Trennungsgang

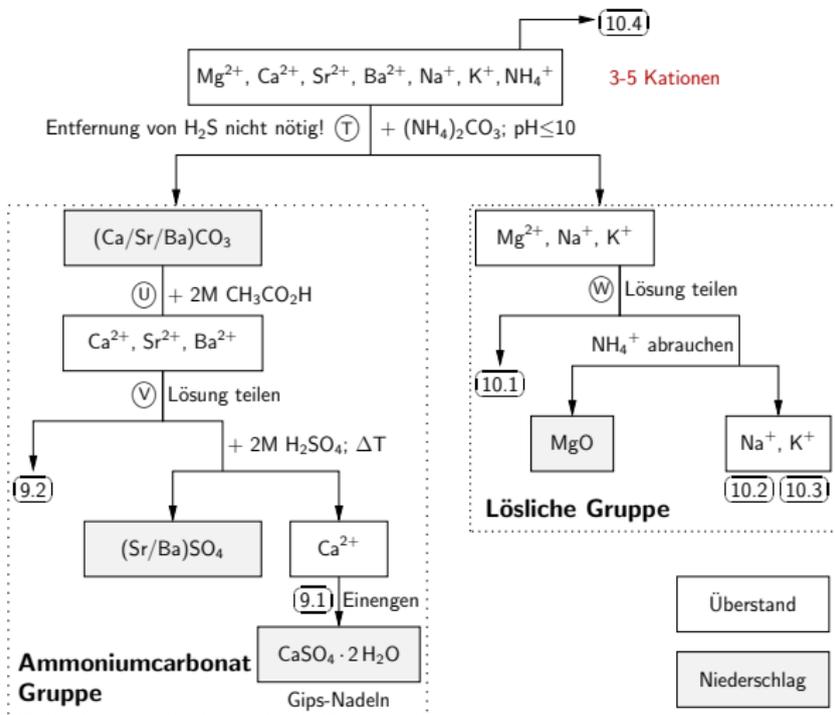
## Prinzip:

1. Es werden nacheinander Elementgruppen mit bestimmten Reagenzien gefällt.
2. Die gefällten Gruppen werden einer weiteren Auftrennung in die Elemente unterzogen.
3. Die aufgetrennten Elemente werden einzeln nachgewiesen.
  - ▶ Nur Reaktionen verwenden, die für das zu prüfende Ion spezifisch sind.
  - ▶ Störungen durch gleichzeitig anwesende Ionen müssen beachtet werden s. JB.

nicht zu viel Probe nehmen! Mit weniger sind die Nachweise genauso empfindlich und man spart Zeit!

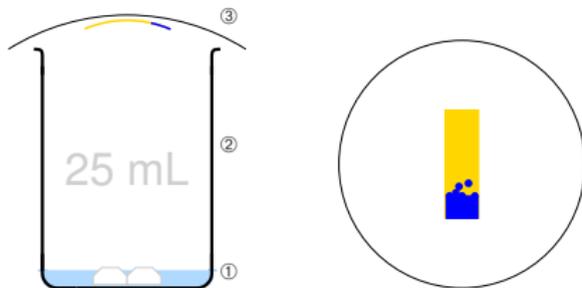


# 1. Analyse



# Vorproben

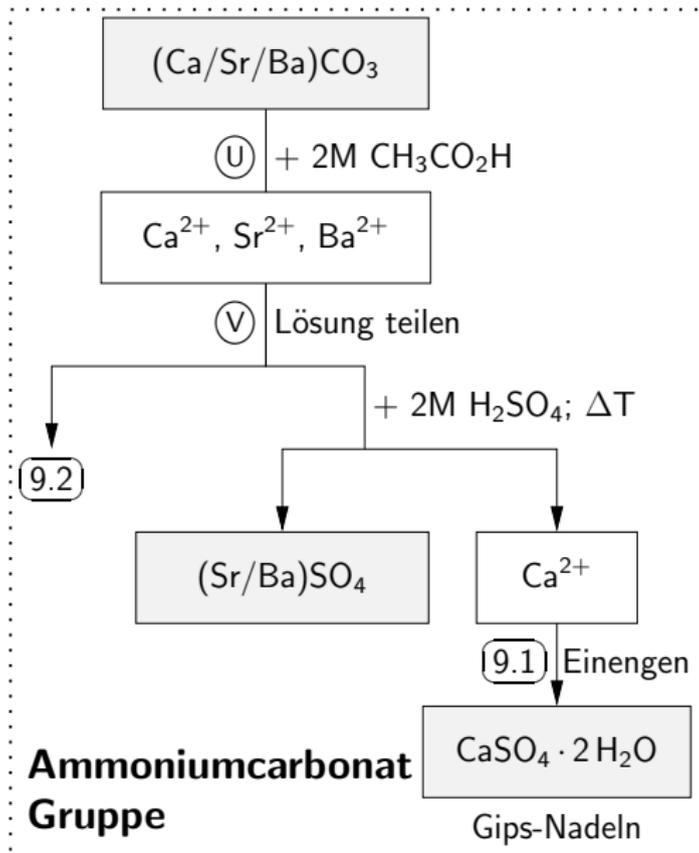
- ▶ Flammenfärbung
- ▶  $\text{NH}_4^+$ -Nachweis über Basizität des  $\text{NH}_3$



# Trennungsgang

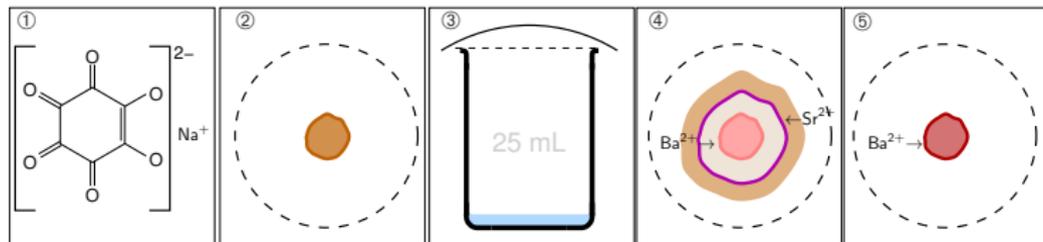
## Schritt (T)

1. Probe in Zentrifugenglas
2. Zugabe von 1-2 mL gesättigter  $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$ -Lsg.  $\text{pH} \leq 10$ , darüber fällt  $\text{Mg}(\text{OH})_2$  aus!
3. aufkochen im Wasserbad, nicht direkt über der Brennerflamme
4. zentrifugieren
5. Überstand (= lösliche Gruppe) in eine neues Zentrifugenglas überführen, Niederschlag (=Ammoniumcarbonat-Gruppe) aufbewahren
6. Fällung auf Vollständigkeit prüfen  
d.h. Schritte 2-5 mit dem Überstand wiederholen, bis nichts mehr ausfällt
7. gesammelte Nds mit  $\text{H}_2\text{O}$  waschen  
d.h. Nds mit  $\text{H}_2\text{O}$  aufschlämmen, zentrifugieren, Überstand verwerfen.



## 9.2 Nachweis von $\text{Sr}^{2+}$ & $\text{Ba}^{2+}$

### Nachweis mit Rhodizonat

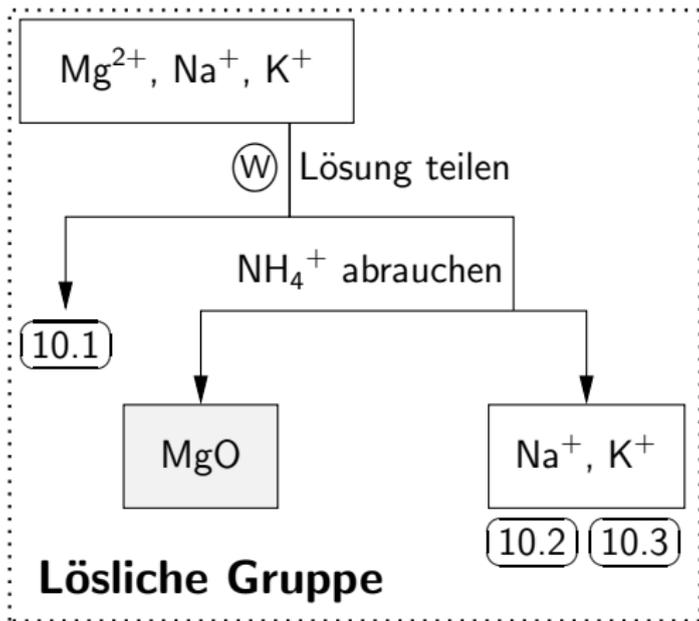


①  $\text{Na}_2\text{C}_6\text{O}_6$ -Molekül; ② Filterpapier + Tropfen  $\text{Na}_2\text{C}_6\text{O}_6$ -Lsg. + Tropfen Probe-Lsg.  $\Rightarrow$  brauner Nds; ③ Tropfen  $[(\text{CH}_3)_2\text{NH}_2]\text{Cl}$ -Lsg.  $\Rightarrow$  Chromatographie; ④ Ergebnis der chromatographischen Trennung; ⑤ Tropfen sehr verdünnte HCl  $\Rightarrow$  violette  $\text{SrC}_6\text{O}_6$  geht wieder in Lsg.,  $\text{BaC}_6\text{O}_6$  färbt sich rot.

- ▶ Na-Rhodizonat bildet farbige Nds mit  $\text{Ba}^{2+}$  (rot) und  $\text{Sr}^{2+}$  (lila); nicht mit  $\text{Ca}^{2+}$
- ▶  $M^{2+} + \text{C}_6\text{O}_6^{2-} \longrightarrow M\text{C}_6\text{O}_6 \downarrow$  ( $M = \text{Sr}, \text{Ba}$ )

Vergleichsproben machen!



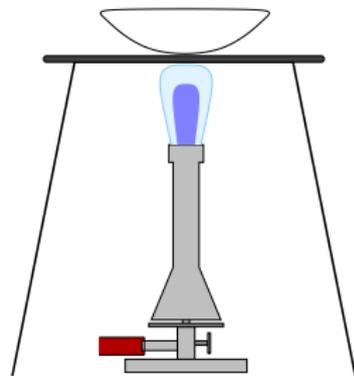


Bei Schritt (W) wird lediglich  $Mg^{2+}$  abgetrennt.

## Lösliche Gruppe

### Schritt (W)

1. Hälfte der Lsg. in Abdampfschale geben
2. 5 Tropfen konz. HCl + 10 Tropfen konz. HNO<sub>3</sub> ⇒ eindampfen zur Entfernung von NH<sub>4</sub><sup>+</sup>  
**Achtung: braune Dämpfe ≡ nitrose Gase NO<sub>x</sub>**
3. weiter erhitzen, bis es zu glühen beginnt
4. **abkühlen lassen**
5. Rückstand mit wenig dest. H<sub>2</sub>O lösen  
unl. Rückstand = MgO



## Lösliche Gruppe

Nachweise für  $\text{Mg}^{2+}$ ,  $\text{Na}^+$ ,  $\text{K}^+$  über charakteristische Kristallformen.

- ▶ nicht zu konz. Lsg. verwenden
- ▶ nicht zu sehr verdünnte Lsg. verwenden  
→ einengen, nicht vollständig trocknen  
Kristalle bilden sich oft am Rand des Tropfens
- ▶ Vergleich mit den Kristallfotos im JB
- ▶ **Okular nicht in die Lsg. tauchen!**

## Lösliche Gruppe

Nachweise für  $\text{Mg}^{2+}$ ,  $\text{Na}^+$ ,  $\text{K}^+$  über charakteristische Kristallformen.

- ▶ nicht zu konz. Lsg. verwenden
- ▶ nicht zu sehr verdünnte Lsg. verwenden  
→ einengen, nicht vollständig trocknen  
Kristalle bilden sich oft am Rand des Tropfens
- ▶ Vergleich mit den Kristallfotos im JB
- ▶ **Okular nicht in die Lsg. tauchen!**

Nachweise für  $\text{Mg}^{2+}$  über Farblack (Fällung von  $\text{Mg}(\text{OH})_2$  und Einbau von Farbstoffen ins Kristallgitter)

Je nach  $\text{Mg}^{2+}$ -Konzentration Färbung des Nds oder der Lsg. darüber:

- ▶ Chinalizarin → blau
- ▶ Titangelb → rot
- ▶ **Vergleichsproben!**

## Sonstiges

- ▶ **Vorbereitung**  
Skript lesen, Versuche planen (Zeitplan), Risiken abschätzen.

## Sonstiges

### ► **Vorbereitung**

Skript lesen, Versuche planen (Zeitplan), Risiken abschätzen.  
Ausgewählte Versuche werden erst nach Rücksprache mit den Assistenten durchgeführt:

1. Nachweise mit Chromat
2. Marsh-Probe
3. Wassertropfen-Probe (Silikat-NW)
4. Maskieren mit  $\text{CN}^-$  und  $\text{F}^-$

## Sonstiges

### ▶ **Vorbereitung**

Skript lesen, Versuche planen (Zeitplan), Risiken abschätzen.  
Ausgewählte Versuche werden erst nach Rücksprache mit den Assistenten durchgeführt:

1. Nachweise mit Chromat
2. Marsh-Probe
3. Wassertropfen-Probe (Silikat-NW)
4. Maskieren mit  $\text{CN}^-$  und  $\text{F}^-$

### ▶ **Sauberes Arbeiten**

Experimente immer im Abzug (Ausnahmen werden mitgeteilt)  
Abzug + Laborgeräte sauber halten.  
Bücher/Skripte/Laborbuch gehört nicht in den Abzug!

## Sonstiges

### ► **Vorbereitung**

Skript lesen, Versuche planen (Zeitplan), Risiken abschätzen.  
Ausgewählte Versuche werden erst nach Rücksprache mit den Assistenten durchgeführt:

1. Nachweise mit Chromat
2. Marsh-Probe
3. Wassertropfen-Probe (Silikat-NW)
4. Maskieren mit  $\text{CN}^-$  und  $\text{F}^-$

### ► **Sauberes Arbeiten**

Experimente immer im Abzug (Ausnahmen werden mitgeteilt)  
Abzug + Laborgeräte sauber halten.  
Bücher/Skripte/Laborbuch gehört nicht in den Abzug!

### ► **Dokumentation**

Beobachtungen in einem gebundenen Heft notieren (Datum, Schritt im Trennungsgang, Nachweisreaktion ggf. mit Reaktionsgleichung, pH-Wert, Rechenweg, . . . )

# Literatur

- ▶ Praktikumsskript  
Homepage
- ▶ Schweda, Eberhard, Gerhart Jander, und Ewald Blasius.  
*Jander/Blasius Anorganische Chemie*. 16., völlig neu bearb. Aufl.  
Stuttgart: Hirzel, 2012.
- ▶ Jander, Gerhart, und Karl Friedrich Jahr. *Maßanalyse: Theorie und Praxis der klassischen und elektrochemischen Titrierverfahren*. 8., durchges. und erg. Aufl. Berlin: de Gruyter, 1959.
- ▶ Küster-Thiel, *Rechentafeln für die Chemische Analytik*, Walter de Gruyter. Berlin New York, 1982
- ▶ AC Lehrbücher  
z.B. Riedel, HoWi