

Einführung

LA-AGP 2023

Patrick Elsässer

Gliederung

Einleitung

Begriffsdefinitionen

Qualitative Analyse

Vorproben

Flammenfärbung

Nachweise aus der Ursubstanz

NH_4^+ -Nachweis

Kationen-Trennungsgang

1. Analyse

Sonstiges

Literatur

Einleitung

Analytische Chemie (allgemein):

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:

- ▶ Anorganische Substanzen

Einleitung

Analytische Chemie (allgemein):

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

Womit beschäftigen wir uns im Praktikum:

- ▶ 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:

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

Einleitung

Analytische Chemie (allgemein):

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

Womit beschäftigen wir uns im Praktikum:

- ▶ Anorganische Substanzen
- ▶ Qualitative Analytik (I)
Was ist drin?
- ▶ Quantitative Analytik (II)
Stoffmenge [mol] bzw. Masse [mg]
- ▶ + 1 Präparat (III)

Qualitativ (I):

Qualitativ (I):

- ▶ Kationen- und Anionen-Trennungsgänge.

Qualitativ (I):

- ▶ Kationen- und Anionen-Trennungsgänge.
- ▶ Analyten liegen vorwiegend in ionischer Form in Lösung vor.

Qualitativ (I):

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

Qualitativ (I):

- ▶ Kationen- und Anionen-Trennungsgänge.
- ▶ Analyten liegen vorwiegend in ionischer Form in Lösung vor.
⇒ Nachweis erfolgt aus Lösung.
- ▶ Einzel-Gruppen (Kationen-: 1, 3+4; Anionen-Analyse: 2)

Qualitativ (I):

- ▶ Kationen- und Anionen-Trennungsgänge.
- ▶ Analyten liegen vorwiegend in ionischer Form in Lösung vor.
⇒ Nachweis erfolgt aus Lösung.
- ▶ Einzel-Gruppen (Kationen-: 1, 3+4; Anionen-Analyse: 2)
⇒ **wichtige Hinweise dazu s. Skript Kap. 2, S. 15**

Qualitativ (I):

- ▶ Kationen- und Anionen-Trennungsgänge.
- ▶ Analyten liegen vorwiegend in ionischer Form in Lösung vor.
⇒ Nachweis erfolgt aus Lösung.
- ▶ Einzel-Gruppen (Kationen-: 1, 3+4; Anionen-Analyse: 2)
⇒ **wichtige Hinweise dazu s. Skript Kap. 2, S. 15**
- ▶ vollständiger Trennungsgang (Analyse 5)

Qualitativ (I):

- ▶ Kationen- und Anionen-Trennungsgänge.
- ▶ Analyten liegen vorwiegend in ionischer Form in Lösung vor.
⇒ Nachweis erfolgt aus Lösung.
- ▶ Einzel-Gruppen (Kationen-: 1, 3+4; Anionen-Analyse: 2)
⇒ **wichtige Hinweise dazu s. Skript Kap. 2, S. 15**
- ▶ vollständiger Trennungsgang (Analyse 5)

Quantitativ (II):

Qualitativ (I):

- ▶ Kationen- und Anionen-Trennungsgänge.
- ▶ Analyten liegen vorwiegend in ionischer Form in Lösung vor.
⇒ Nachweis erfolgt aus Lösung.
- ▶ Einzel-Gruppen (Kationen-: 1, 3+4; Anionen-Analyse: 2)
⇒ **wichtige Hinweise dazu s. Skript Kap. 2, S. 15**
- ▶ vollständiger Trennungsgang (Analyse 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.
- ▶ Einzel-Gruppen (Kationen-: 1, 3+4; Anionen-Analyse: 2)
⇒ **wichtige Hinweise dazu s. Skript Kap. 2, S. 15**
- ▶ vollständiger Trennungsgang (Analyse 5)

Quantitativ (II):

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

Qualitativ (I):

- ▶ Kationen- und Anionen-Trennungsgänge.
- ▶ Analyten liegen vorwiegend in ionischer Form in Lösung vor.
⇒ Nachweis erfolgt aus Lösung.
- ▶ Einzel-Gruppen (Kationen-: 1, 3+4; Anionen-Analyse: 2)
⇒ **wichtige Hinweise dazu s. Skript Kap. 2, S. 15**
- ▶ vollständiger Trennungsgang (Analyse 5)

Quantitativ (II):

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

Präparat (III):

Qualitativ (I):

- ▶ Kationen- und Anionen-Trennungsgänge.
- ▶ Analyten liegen vorwiegend in ionischer Form in Lösung vor.
⇒ Nachweis erfolgt aus Lösung.
- ▶ Einzel-Gruppen (Kationen-: 1, 3+4; Anionen-Analyse: 2)
⇒ wichtige Hinweise dazu s. Skript Kap. 2, S. 15
- ▶ vollständiger Trennungsgang (Analyse 5)

Quantitativ (II):

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

Präparat (III):

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

Einteilung s. Skript Kap. 1, S. 4

Gliederung

Einleitung

Begriffsdefinitionen

Qualitative Analyse

 Vorproben

 Flammenfärbung

 Nachweise aus der Ursubstanz

NH_4^+ -Nachweis

 Kationen-Trennungsgang

 1. Analyse

Sonstiges

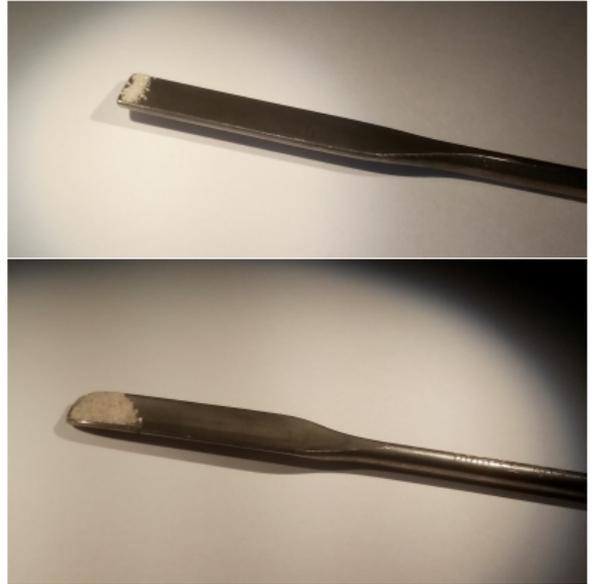
Literatur

Begriffsdefinitionen

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

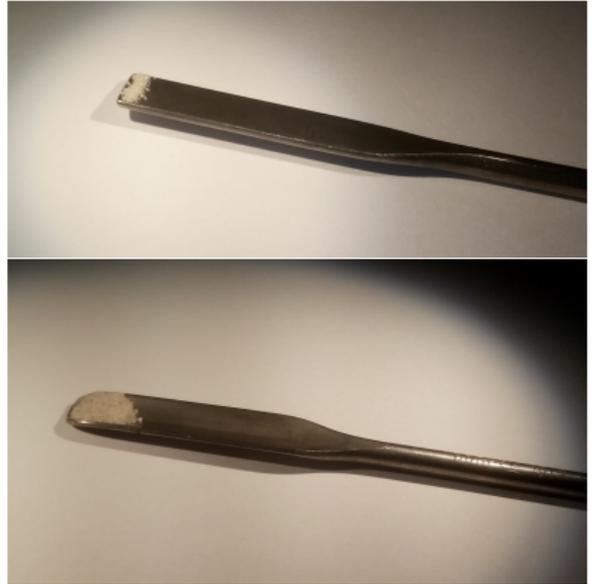
Spatelspitze

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



Spatelspitze

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



Filtrat (Überstand) vs. Niederschlag

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.
- ▶ 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

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
- ▶ Bsp.: Manganometrische 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, ggf. müssen noch Gleichgewichte verschoben werden (pH-Wert). 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, ggf. müssen noch Gleichgewichte verschoben werden (pH-Wert). Regelmäßig prüfen ob sich das Gas schon verflüchtigt hat.
- ▶ 1. Bsp.: NH_4^+ -Nachweis über Basizität des ausgetriebenen NH_3 .

Austreiben

- ▶ Anweisung: Austreiben/Vertreiben/Abrauchen
- ▶ Entfernung von gelösten Gasen aus einer Lsg. durch Erhitzen der Lsg.
- ▶ Vorgehen: s. Eindampfen, ggf. müssen noch Gleichgewichte verschoben werden (pH-Wert). Regelmäßig prüfen ob sich das Gas schon verflüchtigt hat.
- ▶ 1. Bsp.: NH_4^+ -Nachweis über Basizität des ausgetriebenen NH_3 .
- ▶ 2. Bsp.: SO_2 vertreiben bei der Manganometrische Bestimmung von Fe.

Austreiben

- ▶ Anweisung: Austreiben/Vertreiben/Abrauchen
- ▶ Entfernung von gelösten Gasen aus einer Lsg. durch Erhitzen der Lsg.
- ▶ Vorgehen: s. Eindampfen, ggf. müssen noch Gleichgewichte verschoben werden (pH-Wert). Regelmäßig prüfen ob sich das Gas schon verflüchtigt hat.
- ▶ 1. Bsp.: NH_4^+ -Nachweis über Basizität des ausgetriebenen NH_3 .
- ▶ 2. Bsp.: SO_2 vertreiben bei der Manganometrische Bestimmung von Fe.
- ▶ 3. Bsp.: Schritt (W) des Kationen-Trennungsgangs (NH_4^+ wird durch HNO_3 und HCl abgeraucht)

Räuchern

- ▶ Anweisung: ... über konzentriertem NH_3 geräuchert ...

Räuchern

- ▶ Anweisung: ... über konzentriertem NH_3 geräuchert ...
- ▶ Ein Feststoff soll deprotoniert werden. Substanz wird den Dämpfen/Gasen (z.B. NH_3) ausgesetzt.

Räuchern

- ▶ Anweisung: ... über konzentriertem NH_3 geräuchert ...
- ▶ Ein Feststoff soll deprotoniert werden. Substanz wird den Dämpfen/Gasen (z.B. NH_3) ausgesetzt.
- ▶ Vorgehen: Probelösung wird auf ein Filterpapier aufgebracht. In ein Becherglas wird etwas 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 NH_3 geräuchert ...
- ▶ Ein Feststoff soll deprotoniert werden. Substanz wird den Dämpfen/Gasen (z.B. NH_3) ausgesetzt.
- ▶ Vorgehen: Probelösung wird auf ein Filterpapier aufgebracht. In ein Becherglas wird etwas NH_3 konz. gegeben. Das Filterpapier wird auf das Becherglas gelegt und für kurze Zeit dort belassen. **Erhitzen ist dabei nicht notwendig.**
- ▶ Nachweis von Sn^{2+} mit Morin.

Blind- bzw. Vergleichsprobe

- ▶ Anweisung: Vergleichsprobe/Blindprobe

Blind- bzw. Vergleichsprobe

- ▶ Anweisung: Vergleichsprobe/Blindprobe
- ▶ Test ob die Nachweisreaktion funktioniert

Blind- bzw. Vergleichsprobe

- ▶ Anweisung: Vergleichsprobe/Blindprobe
- ▶ Test ob die Nachweisreaktion funktioniert
- ▶ positive Vergleichsprobe: Lsg. der nachzuweisenden Substanz in H_2O .
Nachweis muss positiv sein

Blind- bzw. Vergleichsprobe

- ▶ Anweisung: Vergleichsprobe/Blindprobe
- ▶ Test ob die Nachweisreaktion funktioniert
- ▶ positive Vergleichsprobe: Lsg. der nachzuweisenden Substanz in H_2O .
Nachweis muss positiv sein
- ▶ negative Vergleichsprobe: destilliertes Wasser.
Nachweis muss negativ sein

Blind- bzw. Vergleichsprobe

- ▶ Anweisung: Vergleichsprobe/Blindprobe
- ▶ Test ob die Nachweisreaktion funktioniert
- ▶ positive Vergleichsprobe: Lsg. der nachzuweisenden Substanz in H_2O .
Nachweis muss positiv sein
- ▶ negative Vergleichsprobe: destilliertes Wasser.
Nachweis muss negativ sein
- ▶ Vorgehen: Die Nachweisreaktion wird an drei unterschiedlichen Lösungen getestet:

Blind- bzw. Vergleichsprobe

- ▶ Anweisung: Vergleichsprobe/Blindprobe
- ▶ Test ob die Nachweisreaktion funktioniert
- ▶ positive Vergleichsprobe: Lsg. der nachzuweisenden Substanz in H_2O .
Nachweis muss positiv sein
- ▶ negative Vergleichsprobe: destilliertes Wasser.
Nachweis muss negativ sein
- ▶ Vorgehen: Die Nachweisreaktion wird an drei unterschiedlichen Lösungen getestet:
 1. positive Vergleichsprobe

Blind- bzw. Vergleichsprobe

- ▶ Anweisung: Vergleichsprobe/Blindprobe
- ▶ Test ob die Nachweisreaktion funktioniert
- ▶ positive Vergleichsprobe: Lsg. der nachzuweisenden Substanz in H_2O .
Nachweis muss positiv sein
- ▶ negative Vergleichsprobe: destilliertes Wasser.
Nachweis muss negativ sein
- ▶ Vorgehen: Die Nachweisreaktion wird an drei unterschiedlichen Lösungen getestet:
 1. positive Vergleichsprobe
 2. negative Vergleichsprobe

Blind- bzw. Vergleichsprobe

- ▶ Anweisung: Vergleichsprobe/Blindprobe
- ▶ Test ob die Nachweisreaktion funktioniert
- ▶ positive Vergleichsprobe: Lsg. der nachzuweisenden Substanz in H_2O .
Nachweis muss positiv sein
- ▶ negative Vergleichsprobe: destilliertes 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
- ▶ positive Vergleichsprobe: Lsg. der nachzuweisenden Substanz in H_2O .
Nachweis muss positiv sein
- ▶ negative Vergleichsprobe: destilliertes 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 Zn^{+II} als Rinmans Grün.

Gliederung

Einleitung

Begriffsdefinitionen

Qualitative Analyse

Vorproben

Flammenfärbung

Nachweise aus der Ursubstanz

NH_4^+ -Nachweis

Kationen-Trennungsgang

1. Analyse

Sonstiges

Literatur

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

Gliederung

Einleitung

Begriffsdefinitionen

Qualitative Analyse

Vorproben

Flammenfärbung

Nachweise aus der Ursubstanz

NH_4^+ -Nachweis

Kationen-Trennungsgang

1. Analyse

Sonstiges

Literatur

Vorproben

s. Skript Kap. 3.1

Vorproben

s. Skript Kap. 3.1

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

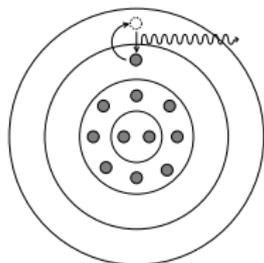
Vorproben

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:
 CO_3^{2-} ; O_2^{2-}

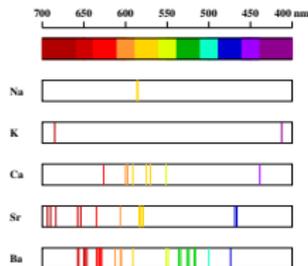
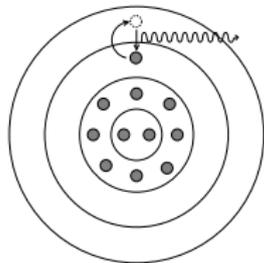
Flammenfärbung

- ▶ Alle Elemente (atomar, ionisch) emittieren im gasförmigen angeregten Zustand (thermisch, elektronisch) Licht mit bestimmter Farbe.



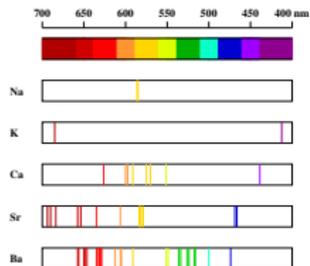
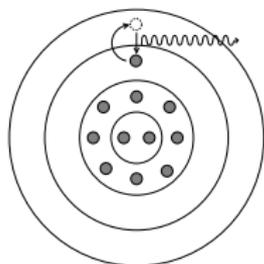
Flammenfärbung

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



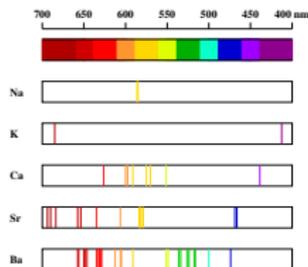
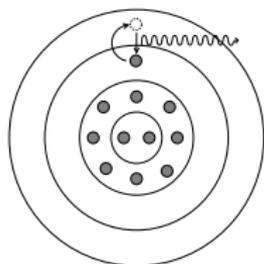
Flammenfärbung

- ▶ Alle Elemente (atomar, ionisch) emittieren im gasförmigen angeregten Zustand (thermisch, elektronisch) Licht mit bestimmter Farbe.
- ▶ Licht lässt sich durch ein Prisma in Spektrallinien aufspalten, die für jedes Element charakteristisch sind.
- ▶ Anregungsbedingungen verschieden, für flüchtige Alkali- und Erdalkali- und eine paar andere Metallsalze (z.B. Chloride) genügt die Temperatur der Bunsenbrennerflamme.



Flammenfärbung

- ▶ Alle Elemente (atomar, ionisch) emittieren im gasförmigen angeregten Zustand (thermisch, elektronisch) Licht mit bestimmter Farbe.
- ▶ Licht lässt sich durch ein Prisma in Spektrallinien aufspalten, die für jedes Element charakteristisch sind.
- ▶ Anregungsbedingungen verschieden, für flüchtige Alkali- und Erdalkali- und eine paar andere Metallsalze (z.B. Chloride) genügt die Temperatur der Bunsenbrennerflamme.
- ▶ Die Farben können sich gegenseitig überdecken (z.B Na-gelb sehr intensiv ⇒ Kobaltglas).



Flammenfärbung

1. Analysesubstanz mit einigen Tropfen konz. HCl versetzen.

Flammenfärbung

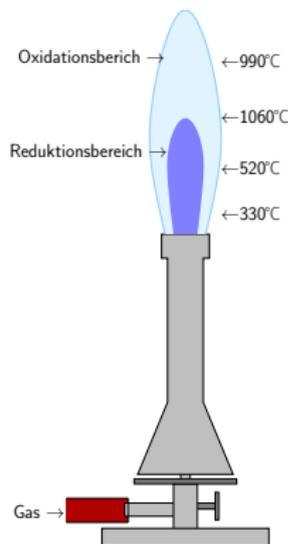
1. Analysesubstanz mit einigen Tropfen konz. HCl versetzen.
2. sauberes ausgeglühtes Magnesiastäbchen in die Lsg. tauchen.

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

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

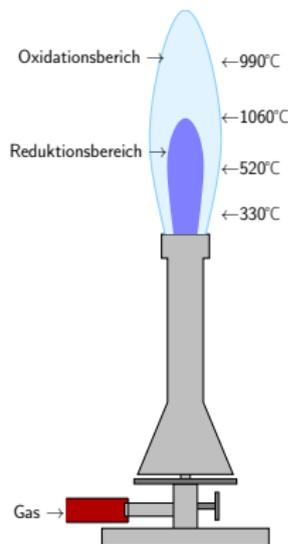


Flammenfärbung

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, wieder ausglühen.

Farben: s. **JB+Skript**

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



Gliederung

Einleitung

Begriffsdefinitionen

Qualitative Analyse

Vorproben

Flammenfärbung

Nachweise aus der Ursubstanz

NH_4^+ -Nachweis

Kationen-Trennungsgang

1. Analyse

Sonstiges

Literatur

Nachweise aus der Ursubstanz

s. Skript Kap. 3.1

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.

Nachweise aus der Ursubstanz

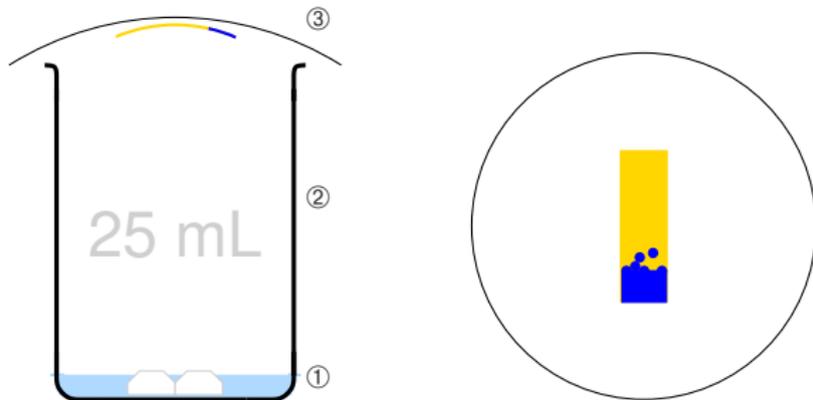
s. Skript Kap. 3.1

- ▶ spezifische Nachweise, die aus der Ursubstanz durchgeführt werden können, da keine anderen Ionen die Reaktion stören.

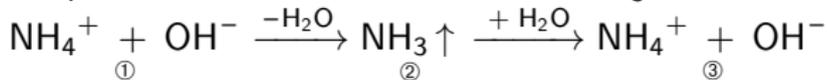
- 1. NH_4^+ -Nachweis über Basizität des NH_3
- 2. Marsh-Probe auf As & Sb
- 3. Leuchtprobe auf Sn
- 4. Pfennig-Probe auf Hg
- 5. Anionen:
 CO_3^{2-} ; BO_3^{3-} ; Wassertropfen-Probe: SiO_4^{4-}

NH_4^+ -Nachweis über Basizität des NH_3

s. Skript Kap. 10.4



- NH_4^+ -Ionen durch starke Basen als NH_3 austreibbar.



Gliederung

Einleitung

Begriffsdefinitionen

Qualitative Analyse

Vorproben

Flammenfärbung

Nachweise aus der Ursubstanz

NH_4^+ -Nachweis

Kationen-Trennungsgang

1. Analyse

Sonstiges

Literatur

Kationen-Trennungsgang

Prinzip:

1. Es werden nacheinander Elementgruppen mit bestimmten Reagenzien gefällt.

Kationen-Trennungsgang

Prinzip:

1. Es werden nacheinander Elementgruppen mit bestimmten Reagenzien gefällt.
2. Die gefällten Gruppen werden einer weiteren Auftrennung in die Elemente unterzogen.

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.

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.

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.

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!**

Gliederung

Einleitung

Begriffsdefinitionen

Qualitative Analyse

Vorproben

Flammenfärbung

Nachweise aus der Ursubstanz

NH_4^+ -Nachweis

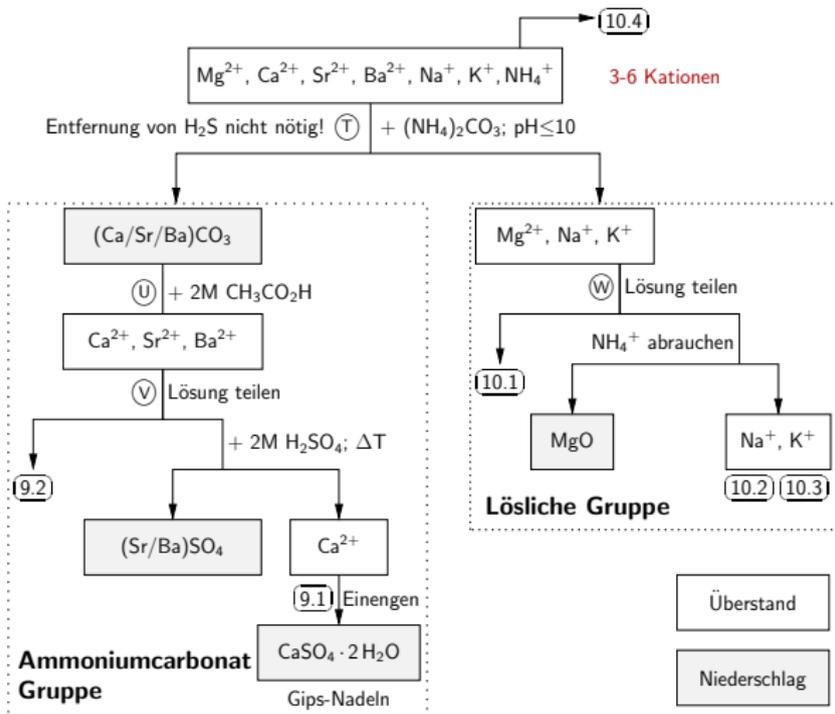
Kationen-Trennungsgang

1. Analyse

Sonstiges

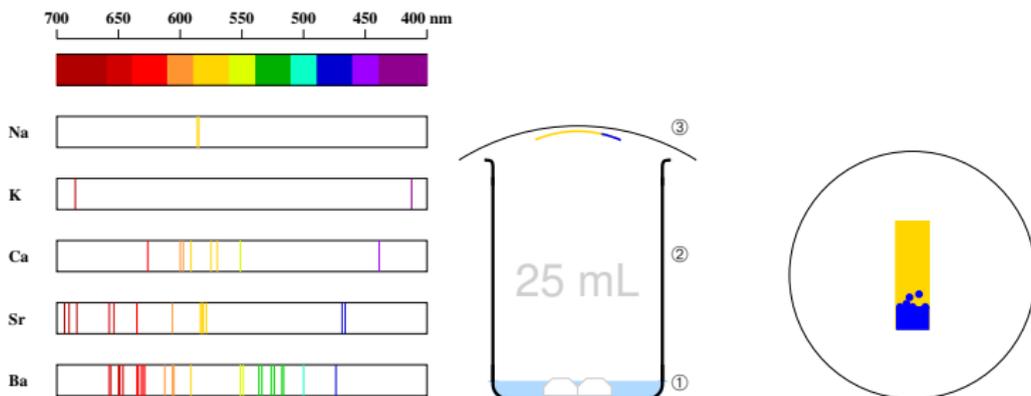
Literatur

1. Analyse



Vorproben

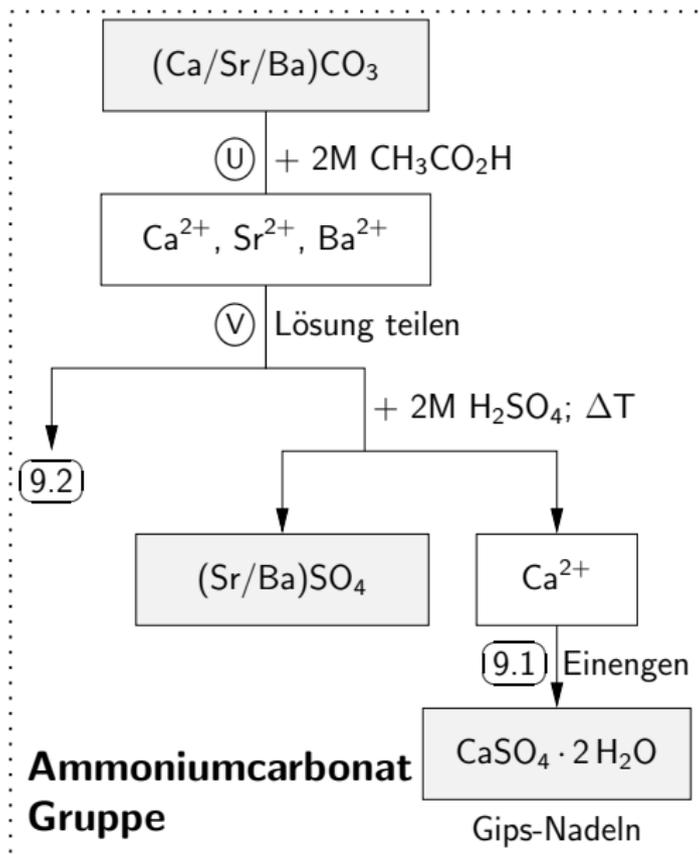
- ▶ Flammenfärbung
- ▶ NH_4^+ -Nachweis über Basizität des NH_3



Trennungsgang

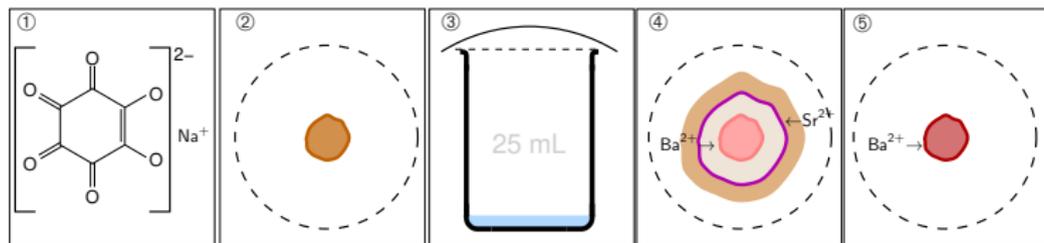
Schritt (T)

1. Probe in Zentrifugenglas
2. Zugabe von 1-2 mL gesättigter $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$ -Lsg. **pH ≤ 10 darüber fällt $\text{Mg}(\text{OH})_2$ aus!**
3. aufkochen im Wasserbad **nicht direkt über der Brennerflamme**
4. zentrifugieren
5. Überstand in eine neues Zentrifugenglas überführen, Niederschlag (Nds) aufbewahren
6. Fällung auf Vollständigkeit prüfen
d.h. Schritte 2-5 mit dem Überstand wiederholen bis nichts mehr ausfällt
7. gesammelte Nds mit H_2O waschen
d.h. Nds mit H_2O aufschlämmen, zentrifugieren, Überstand verwerfen.



9.2 Nachweis von Sr^{2+} & 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 SrC_6O_6 geht wieder in Lsg., BaC_6O_6 färbt sich rot.

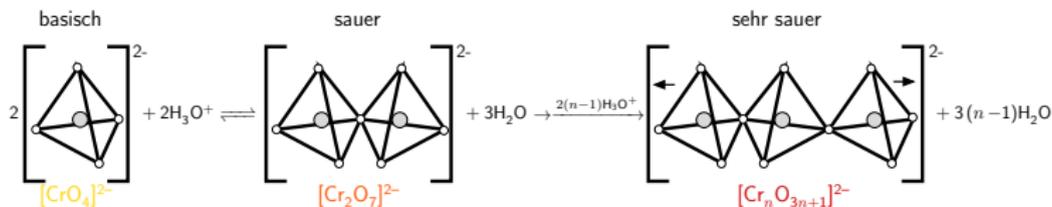
- ▶ Na-Rhodizonat bildet in neutralen (bis nur ganz schwach sauren) Lsg. farbige Nds mit Ba^{2+} und Sr^{2+} ; nicht mit Ca^{2+}
- ▶ $M^{2+} + \text{C}_6\text{O}_6^{2-} \longrightarrow \text{MC}_6\text{O}_6 \downarrow$ ($M = \text{Sr}, \text{Ba}$)

Vergleichsproben machen!

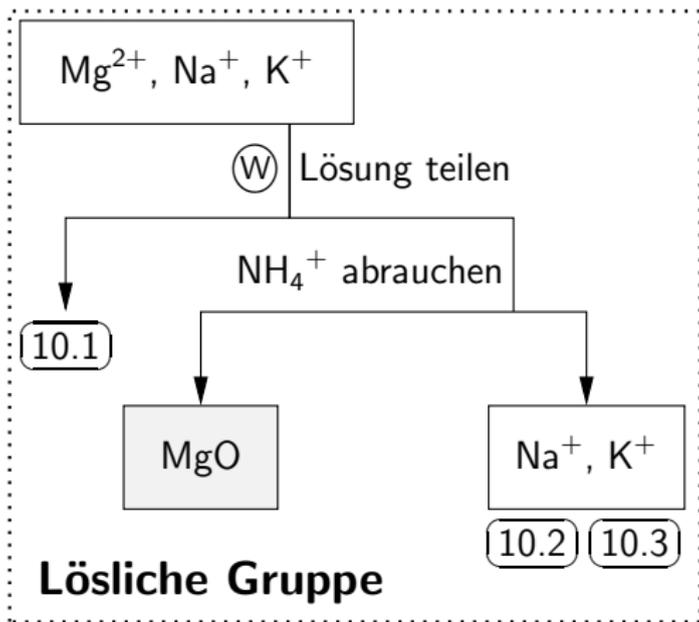
9.2 Nachweis von Sr^{2+} & Ba^{2+}

ACHTUNG giftig, krebserzeugend

Nachweis als Chromate



- ▶ Sr^{2+} und Ba^{2+} bilden gelbe Nds mit Chromat
- ▶ $M^{2+} + \text{CrO}_4^{2-} \longrightarrow \underset{\text{gelb}}{M\text{CrO}_4} \downarrow$ ($M = \text{Sr}^{2+}, \text{Ba}^{2+}$)
 $\text{BaCrO}_4 \downarrow$ (schwer löslich) fällt schon im schwach sauren; $\text{SrCrO}_4 \downarrow$ erst im basischen
- ▶ **pH-Werte beachten!**
- ▶ Reagenzlösung ist basisch, Probelösung sauer → wird mit HAc/Ac gepuffert

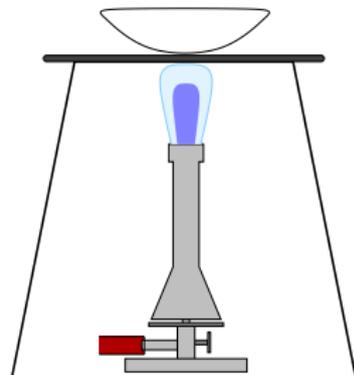


Bei Schritt (W) wird lediglich Mg^{2+} abgetrennt.

Lösliche-Gruppe

Schritt (W)

1. $\frac{1}{2}$ der Lsg. in Abdampfschale geben
2. 5 Tropfen konz. HCl + 10 Tropfen konz. HNO₃ \Rightarrow eindampfen
Achtung: brauen Dämpfe \equiv nitrose Gase
3. weiter erhitzen bis es zu glühen beginnt
4. **abkühlen lassen**
5. Rückstand mit wenig dest. H₂O lösen
unl. Rückstand = MgO



Lösliche-Gruppe

Nachweise für Mg^{2+} , Na^+ , K^+ über charakteristische Kristalle.

- ▶ 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 Mg^{2+} über Farblack.

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

- ▶ Chinalizarin → blau (NH_4^+ verringert die Empfindlichkeit)
- ▶ Titan-gelb → rot
- ▶ **Vergleichsproben!**

Gliederung

Einleitung

Begriffsdefinitionen

Qualitative Analyse

 Vorproben

 Flammenfärbung

 Nachweise aus der Ursubstanz

NH_4^+ -Nachweis

 Kationen-Trennungsgang

 1. Analyse

Sonstiges

Literatur

Sonstiges

- ▶ **Vorbereitung**

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

Sonstiges

► **Vorbereitung**

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

1. Nachweise mit Chromat

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

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

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
4. Maskieren mit CN^- und 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
4. Maskieren mit CN^- und F^-

▶ **Sauberes Arbeiten**

Experimente immer im Abzug (Ausnahmen werden mitgeteilt)
Waagen, Mikroskope, Trockenschränke, Abzüge, UV-Lampe, Waschbecken, Bench 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
4. Maskieren mit CN^- und F^-

▶ **Sauberes Arbeiten**

Experimente immer im Abzug (Ausnahmen werden mitgeteilt)
Waagen, Mikroskope, Trockenschränke, Abzüge, UV-Lampe, Waschbecken, Bench 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, and Ewald Blasius.
Jander/Blasius Anorganische Chemie. 16., völlig neu bearb. Aufl.
Stuttgart: Hirzel, 2012.
- ▶ Jander, Gerhart, and 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