Seminar zum Anorganisch-chemischen Lehramtspraktikum LAAC2

Dr. Magdalena Rusan

05.05.2025

Vorlesungsfolien: https://www.cup.lmu.de/ac/rusan/teaching/seminar-zum-laac2-praktikum/

Anorganisch-chemisches Praktikum
Qualitativer Teil

- 3-wöchiges Blockpraktikum: ***Versuche qualitative Analyse + ausgewählte anorganische Versuche (geeignet für den Schulunterricht)***
- Zeitraum: vom 22.09.2025 bis 10.10.2025
- ganztags von 9 bis 17 Uhr
- Labore Haus D Praktikumsebene
- Klausur am 05.08.2025 von 13:00-15:00 Uhr im Liebig-HS (https://www.cup.lmu.de/anmeld/acla2prakkl/); Wiederholungsklausur am 08.10.2025 von 10:00 bis 12:00 Uhr im Buchner-HS
- Voraussetzung: bestandenes Grundpraktikum: Praktikum (**und** Klausur)

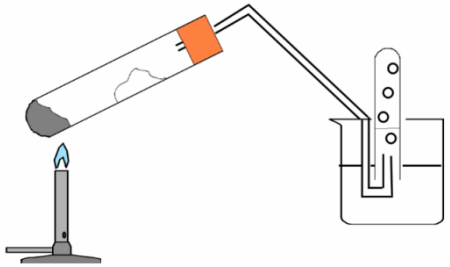
Qualitative Analysen

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)

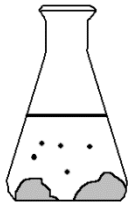
Hier: **Nachweis** von **Kationen** und **Anionen**

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

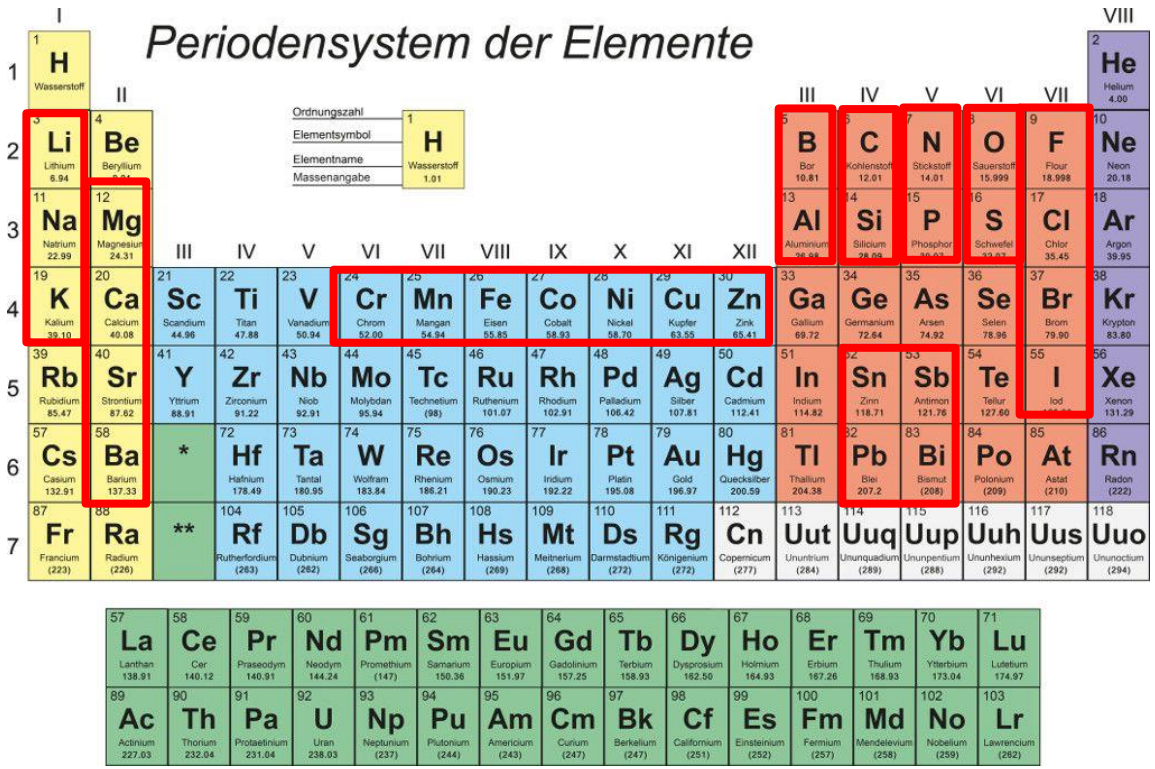


https://www.uni-wuerzburg.de/fileadmin/08020000/praktika/la2/LA_B-2.pdf

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



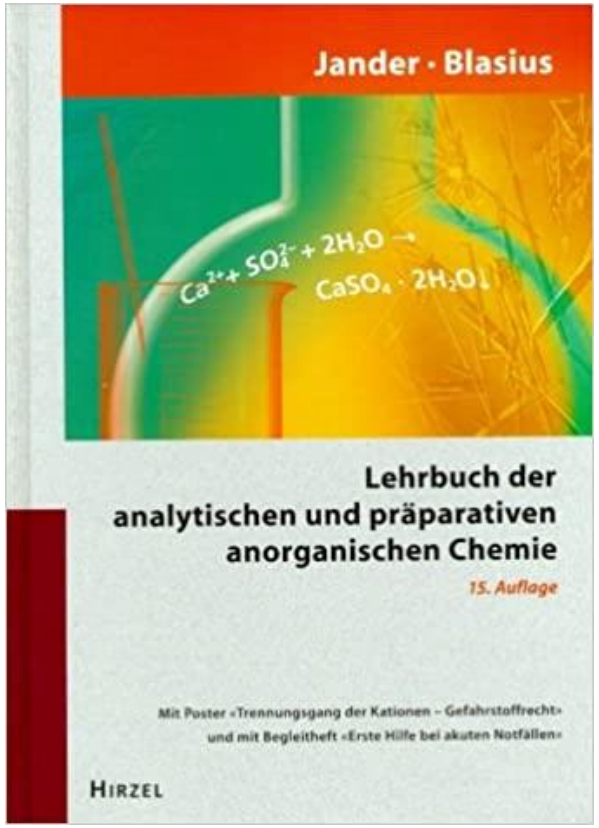
Anorganisch-chemisches Praktikum - Qualitativer Teil

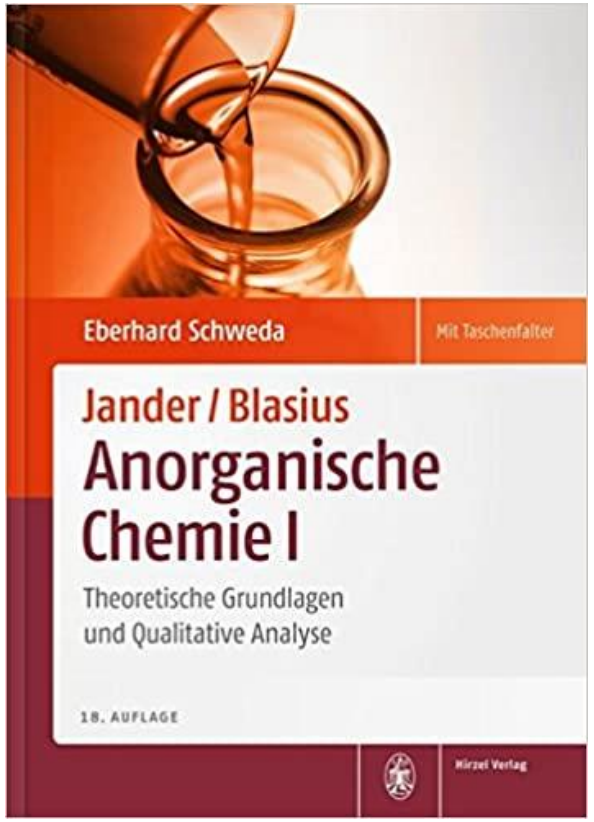


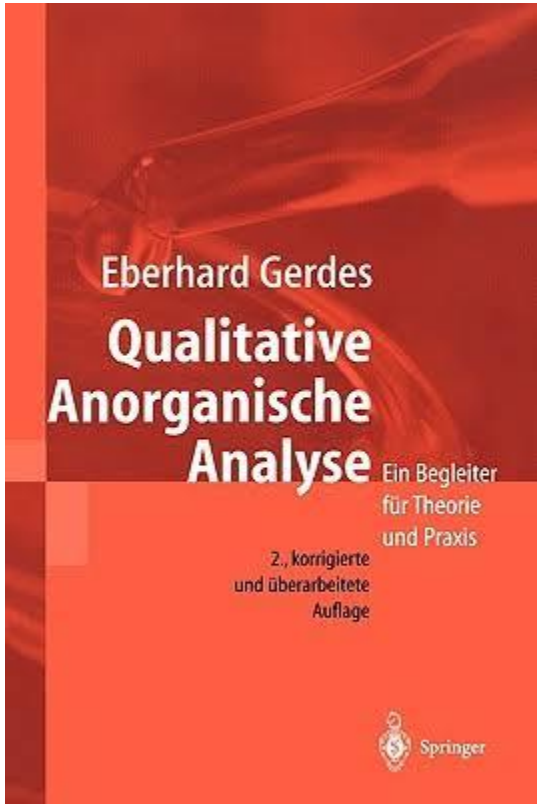
- Auswahl bestimmter Elemente, die in **Salzen** als **Kationen** und **Anionen** nachgewiesen werden sollen. Z.B.: NaCl, KNO_3
- **Stoffchemie** (Eigenschaften und Verhalten) von ausgewählten Verbindungen und Elementen sowie **Nachweisreaktionen** werden besprochen.
- Skript und eigene Recherche zu Nachweisreaktionen
- Laborjournal führen!

Literatur zum Praktikum

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

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

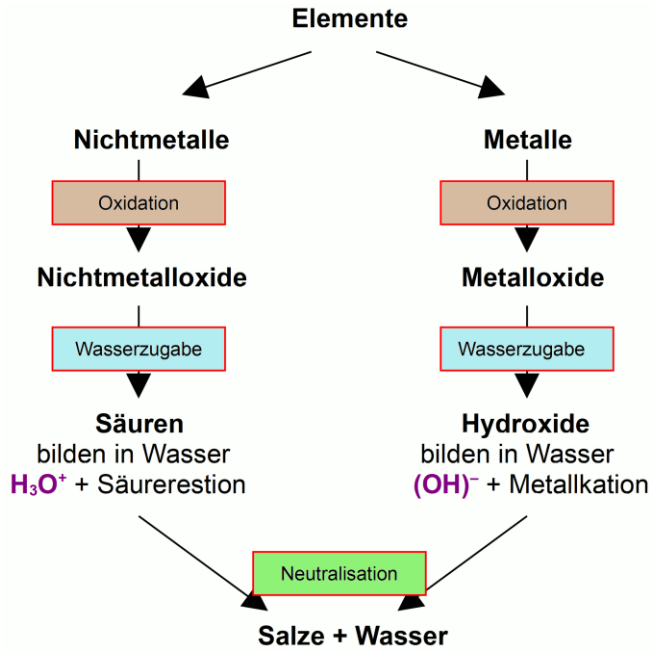
2.2.2 Kaliumhydrogensulfat-Aufschluss für basische Oxide und Oxosalze

2.2.3 Soda-Pottasche-Aufschluss für saure Oxide und Oxosalze

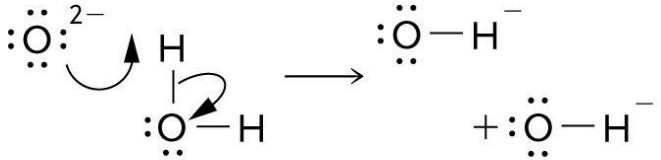
2.2.4 Freiberger Aufschluss für Zinnstein SnO_2

Oxide

- Ein Oxid ist eine Verbindung von Sauerstoff mit einem Element, dass 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. Na_2O sind basische Oxide
- Die Oxide der Elemente der ersten Hauptgruppe sowie CaO, SrO und 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



© 2006 Wiley-VCH, Weinheim
Atkins / Chemie - einfach alles
ISBN: 3-527-31579-9 Abb-Chem-10-01

$$CaO + H_2O \rightarrow Ca(OH)_2$$

$$P_4 + 5\,O_2 \rightarrow P_4O_{10}$$
$$4\,Fe + 3\,O_2 \rightarrow 2\,Fe_2O_3$$
$$2\,Ca + O_2 \rightarrow 2\,CaO$$

Oxide

- Fast alle Nichtmetalloxide z.B. CO_2, oder SO_3 sind saure Oxide
- Viele reagieren mit H_2O unter Bildung von Säuren; man nennt sie auch Säureanhydride

generell gilt:

Metalloxid + Wasser = Base
Nichtmetalloxid + Wasser = Säure
Nichtmetalloxid + Base = Salz + Wasser
Nichtmetalloxid + Metalloxid = Salz

$$CaO + H_2O \rightarrow Ca(OH)_2$$
$$CO_2 + H_2O \rightarrow H_2CO_3$$
$$CO_2 + 2\,NaOH \rightarrow Na_2CO_3 + H_2O$$
$$SiO_2 + CaO \rightarrow CaSiO_3$$

- ✓ 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

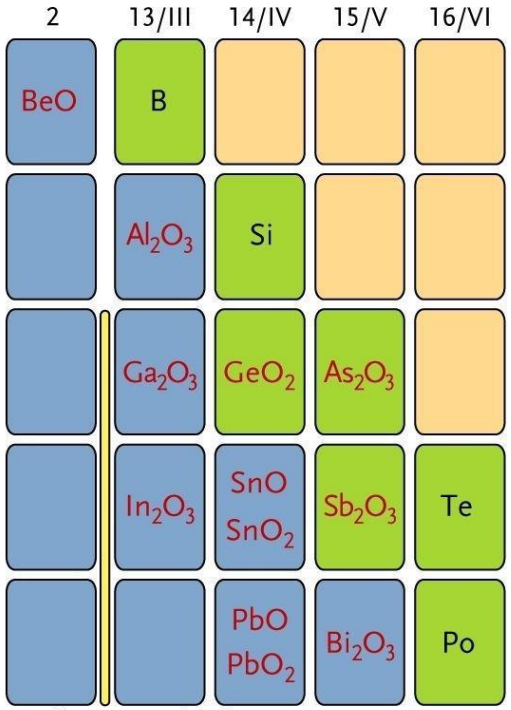
$$Al^{3+}(aq) + 6\,H_2O \leftarrow 3\,H_3O^+(aq) + Al(OH)_3(s) + OH^-(aq) \rightarrow [Al(OH)_4]^-(aq)$$

- 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:
$Na_2O < MgO < Al_2O_3 < SiO_2 < P_4O_{10} < SO_3$
basisch - amphot. - sauer - stark sauer

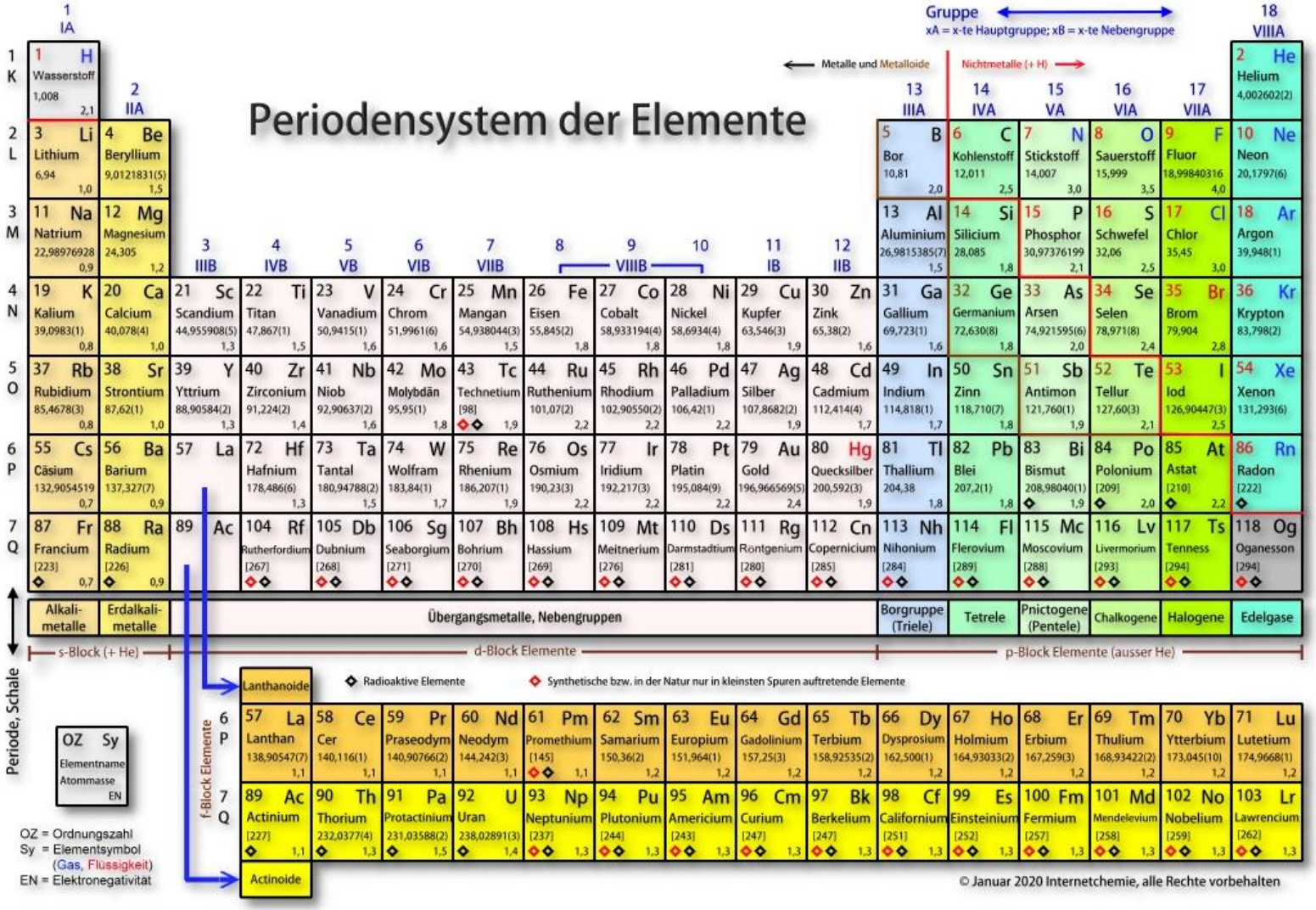
✓ Für ein Element steigt die Acidität mit steigender Oxidationszahl:
$MnO < Mn_2O_3 < MnO_2 < Mn_2O_7$

✓ In den Hauptgruppen steigt die Basizität mit steigender Ordnungszahl:
$BeO < MgO < CaO < SrO < BaO$



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

Oxide

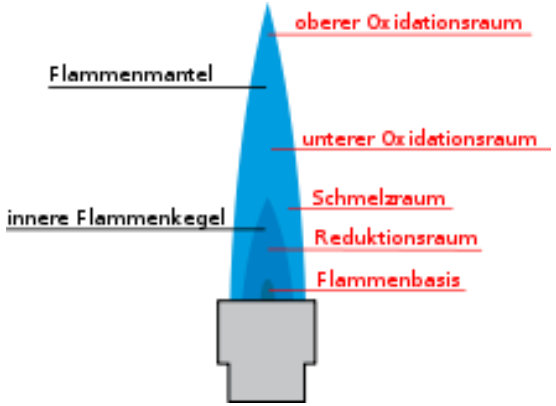


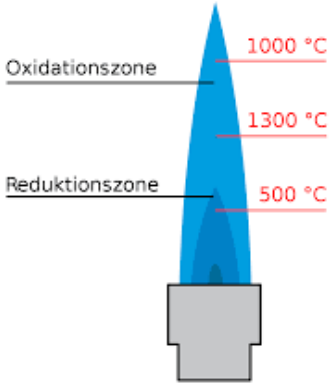
https://www.internetchemie.info/chemische-elemente/periodensystem.php

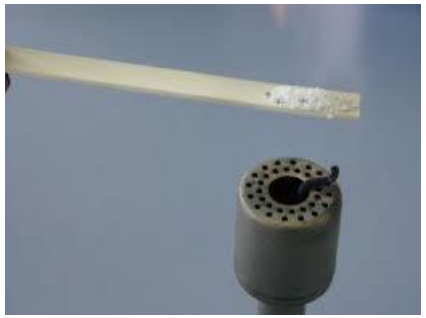
2.2.1 Oxidationsschmelze

Aufschluss von **schwerlöslichen**, ***oxidierbaren*** Verbindungen. Schmelze, die zum Aufschluss von Erdalkalisulfaten, hochgeglühten Oxiden, Silicaten und Silberhalogeniden dient. Z.B. Fe_2O_3, Cr_2O_3

Ursubstanz auf gut ausgeglühter Magnesiarinne mit einer Mischung aus 3 Teilen KNO_3 oder $NaNO_3$ und 2 Teilen K_2CO_3 oder Na_2CO_3 vermengen und in der Oxidationsflamme des Bunsenbrenners schmelzen.







NO_3^- wirkt auf die beigemengte Ursubstanz einerseits als Oxidationsmittel und andererseits ist es gleichzeitig ein Oxidionen-Donor. CO_3^{2-} wirkt ebenfalls als ***Oxidionen-Donor***. Außerdem verhindert das entweichende 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.

$$NO_3^- + 2e^- \longrightarrow NO_2^- + O^{2-} \qquad CO_3^{2-} \longrightarrow CO_2 + O^{2-}$$

In Salzschmelzen finden Austauschreaktionen statt. So werden bei Salzen mit sauerstoffhaltigen Anionen wie Na_2CO_3 und KNO_3 etc. Oxidionen 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 O^{2-} - Donatoren

Säuren in Oxidschmelzen sind O^{2-} - Akzeptoren

gilt generell

$$Cr_2O_3 + 2\,CO_3^{2-} + 3\,NO_3^- \longrightarrow 2\,CrO_4^{2-} + 2\,CO_2 + 3\,NO_2^-$$

2.2.2 Saurer Aufschluss mit $KHSO_4$

Aufschluss von **basischen** oder **amphoteren Oxiden** in einer **$KHSO_4$-Schmelze**. Z.B. Fe_2O_3, Cr_2O_3, TiO_2

Beim Erhitzen von $KHSO_4$ auf 250 °C entweicht H_2O unter Bildung von $K_2S_2O_7$ (Kaliumdisulfat oder Pyrosulfat), welches als Oxidionen-Akzeptor wirkt und damit das eigentliche Aufschlussmittel ist.

$$2\ KHSO_4 \xrightarrow{250\ °C} K_2S_2O_7 + H_2O \xrightarrow{\Delta} K_2SO_4 + SO_3$$

Bei hohen Temperaturen zersetzt sich $K_2S_2O_7$ unter Bildung von Schwefeltrioxid SO_3. Aus der Schmelze dürfen daher möglichst keine SO_3-Nebel entweichen, sonst ist die Reaktionstemperatur zu hoch.

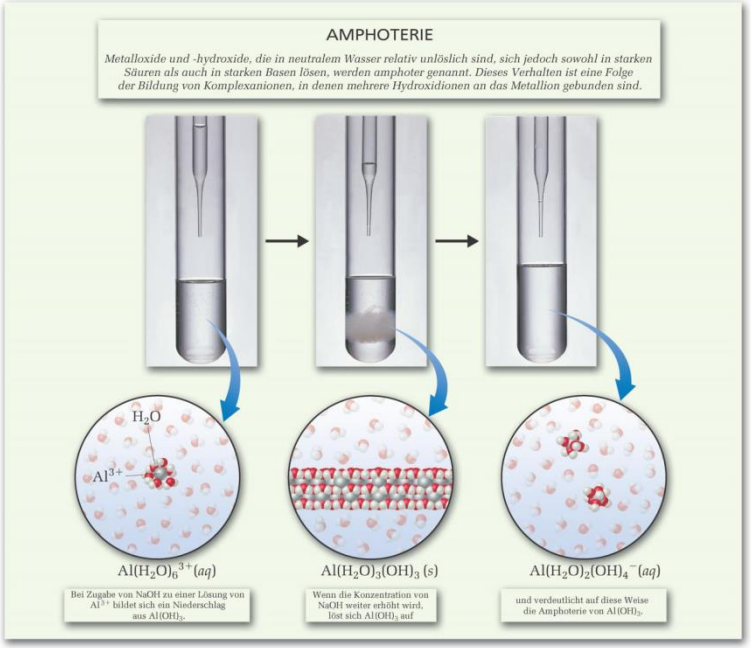
$$Fe_2O_3 + 6\ KHSO_4 \longrightarrow Fe_2(SO_4)_3 + 3\ K_2SO_4 + H_2O$$

$$TiO_2 + 2\ KHSO_4 \longrightarrow TiOSO_4 + K_2SO_4 + H_2O$$

Saurer Aufschluss

Die zu untersuchende Substanz wird mit ca. der sechsfachen Menge an $KHSO_4$ fein verrieben und bei möglichst niedriger Temperatur im Tiegel geschmolzen. Das Gemisch wird so lange erhitzt bis ein klarer Schmelzfluss entsteht, der gerade SO_3 abzugeben beginnt. Dann lässt man es erkalten und löst den Schmelzkuchen in verdünnter H_2SO_4. Dann erfolgen weitere Nachweise in Lösung.

Bei Al_2O_3: wird nur unvollständig aufgeschlossen → NaOH dazu geben, um das in der Schmelze vorliegende Natriumaluminat $NaAlO_2$ in Tetrahydroxyaluminat $[Al(OH)_4]^-$ zu überführen, welches durch Zugabe von Säure als $Al(OH)_3$ gefällt wird.



2.2.3 Soda-Pottasche-Aufschluss

Aufschluss von schwerlöslichen Sulfaten, hochgeglühten sauren oder amphoteren Oxiden, Silikaten und Ag-Halogeniden in einer Na_2CO_3/K_2CO_3-Schmelze. Z.B. $BaSO_4$, AgBr, Kalifeldspat $KAlSi_3O_8$.

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.

$$BaSO_4 + Na_2CO_3 \longrightarrow BaCO_3 + Na_2SO_4$$

$$2\ AgBr + Na_2CO_3 \longrightarrow Ag_2CO_3 + 2\ NaBr$$

$$KAlSi_3O_8 + Na_2CO_3 \longrightarrow KAlO_2 + 3\ Na_4SiO_4 + 6\ CO_2$$

Der zu untersuchende Rückstand wird mit der 4- bis 6-fachen Menge einer Soda-Pottasche-Mischung (51,5% Na_2CO_3 und 48,5% K_2CO_3 Smp. 710 °C) vermengt und ca. 10 min lang erhitzt, bis ein klarer Schmelzfluss entsteht. Wenn die CO_2-Entwicklung (Schäumen) abklingt, wird abgeschreckt, gemörsert und mit Na_2CO_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*

2.2.4 Freiberger-Aufschluss

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

$$2\ SnO_2 + 2\ Na_2CO_3 \longrightarrow 2\ Na_2[SnO_3] + 2\ CO_2$$

Stannat

$$2\ Na_2[SnO_3] + 9\ S \longrightarrow 2\ Na_2[SnS_3] + 3\ SO_2$$

Thiostannat

$$2\ SnO_2 + 2\ Na_2CO_3 + 9\ S \longrightarrow 2\ Na_2[SnS_3] + 3\ SO_2 + 2\ CO_2$$

Die aufzuschließende Substanz wird mit ca. der 6-fachen Menge eines Gemisches aus gleichen Anteilen Schwefel und Na_2CO_3 zuerst langsam, dann immer stärker erhitzt. Wenn die Gasentwicklung (SO_2 und CO_2) abgeklungen ist, wird die Schmelze abgekühlt und mit verdünnter NaOH gelöst und filtriert. Zur basischen Lösung wird HCl getropft, wobei **gelbes SnS_2** ausfällt.

$$SnS_3^{2-} + 2\ H^+ \longrightarrow SnS_2 + H_2S$$

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

3.1 Der „klassische Kationen-Trennungsgang“

1. Die HCl-Gruppe: Ag^{+}, Pb^{2+}, Hg_2^{2+}

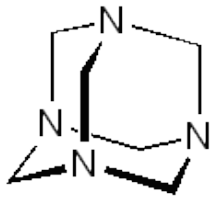
2. Die H_2S-Gruppe: Hg^{2+}, Pb^{2+}, Bi^{3+}, Cu^{2+}, Cd^{2+}, As^{3+}, Sb^{3+}, Sn^{2+}

3. Die Ammoniumsulfid-Urotropin-Gruppe: Co^{2+}, Ni^{2+}, Mn^{2+}, Zn^{2+}, $Fe^{2+/3+}$, Al^{3+}, Cr^{3+}

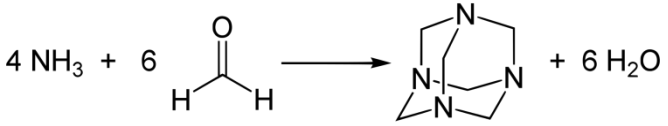
4. Die Ammoniumcarbonatgruppe: Ca^{2+}, Sr^{2+}, Ba^{2+}

5. Die „lösliche Gruppe“: Li^{+}, Na^{+}, K^{+}, NH_4^{+}, Mg^{2+}

Urotropin – Hexamethylentetramin

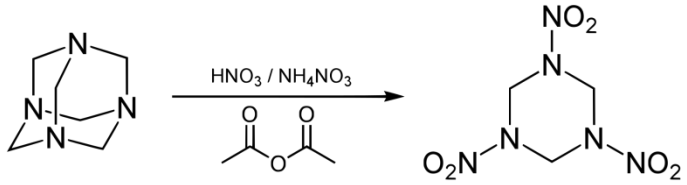


Desinfektion der Harnwege



Formaldehyd

Anwendung

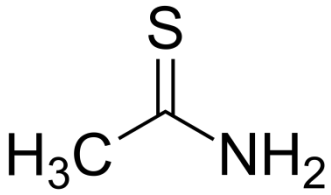


Explosivstoff Hexogen (RDX)

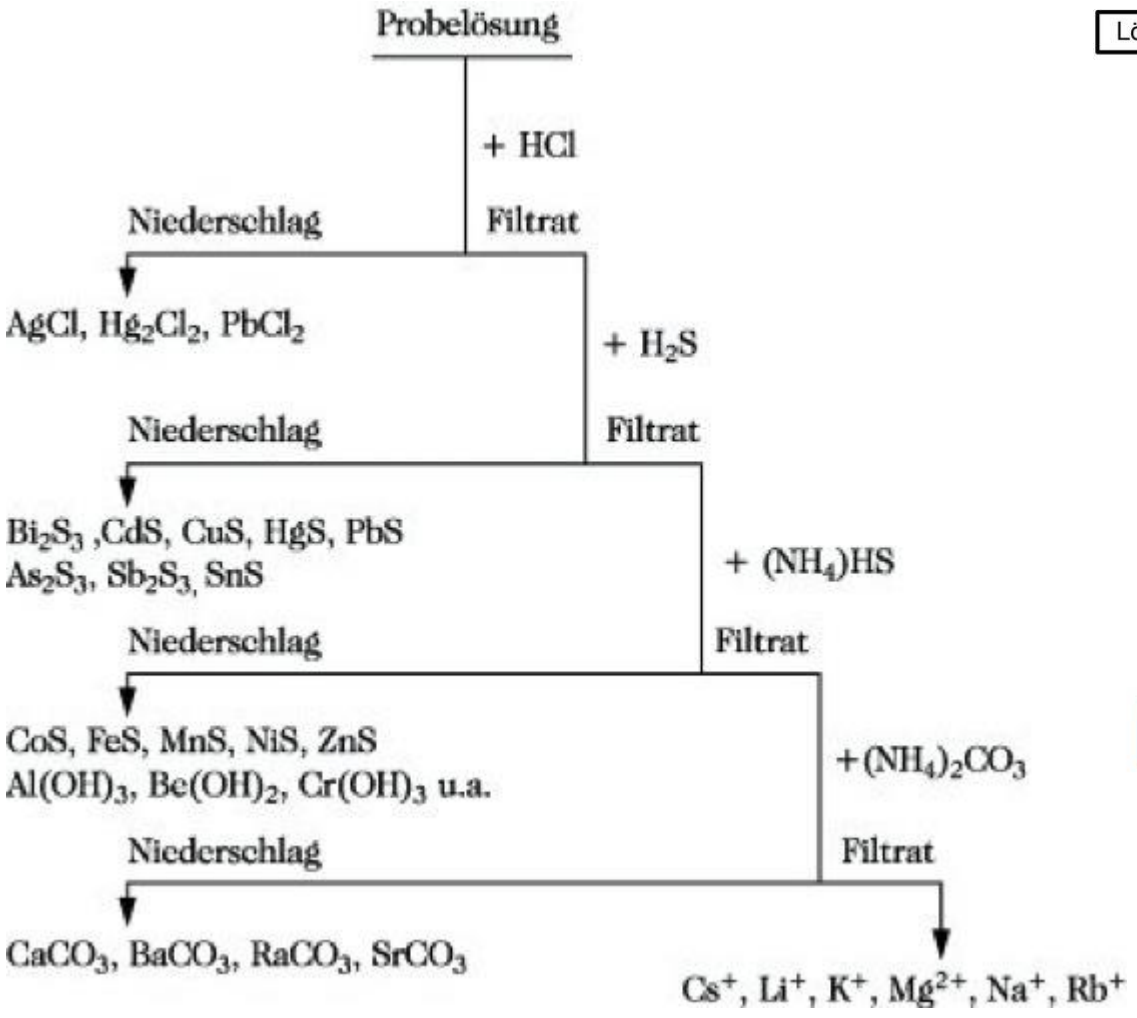
Die Fällungsreagenzien

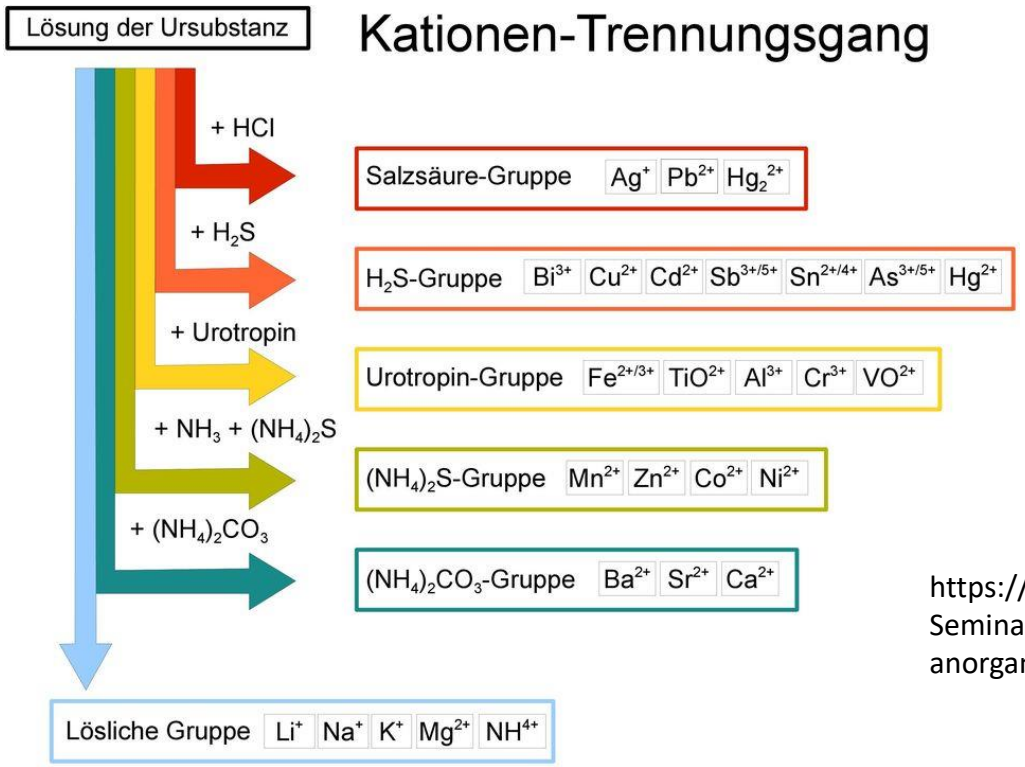
- Schwefelwasserstoff H_2S und Thioacetamid
- Ammoniumsulfid $(NH_4)_2S$
- Urotropin
- Ammoniumcarbonat $(NH_4)_2CO_3$

Thioacetamid



Kationen-Trennungsgang





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

https://www.spektrum.de/lexikon/chemie/trennungsgang/9403

3.2 Anionentrennung

Trennungsgang: Ausgangslösung: Filtrat des Sodaauszuges

Prinzip: Bildung schwerlöslicher Salze

1. $Ca(NO_3)_2$-Gruppe (I. Gruppe): F^- , CO_3^{2-} , SiO_4^{4-} , PO_4^{3-} , $C_2O_4^{2-}$, (AsO_4^{3-})
2. $Ba(NO_3)_2$-Gruppe (II. Gruppe): SO_4^{2-} , (CrO_4^{2-})
3. $Zn(NO_3)_2$-Gruppe (II. Gruppe): S^{2-} , CN^- , ($[Fe(CN)_6]^{3-/4-}$ (rotes und gelbes Blutlaugensalz)
4. $AgNO_3$-Gruppe (IV. Gruppe): Cl^- , Br^- , I^- , Thiocyanat SCN^- , Thiosulfat $S_2O_3^{2-}$, IO_3^- , BrO_3^-
5. Lösliche Gruppe (V. Gruppe): z.B. NO_2^-

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

- 1 g Ursubstanz mit der 2-3 fachen Menge Soda (Na_2CO_3) in Wasser aufschlämmen
- 10 min kochen; Rückstand abtrennen
- Filtrat wird für den Trennungsgang verwendet

https://www.uni-hildesheim.de/media/fb4/biologie_chemie/chemie/studium_downloads/vorlesungsunterlagen/AnalytischeChemie-Anionennachweise-1.pdf

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

- Cu^{2+} , Bi^{3+} , Sb^{3+} , Sn^{2+}
- Co^{2+} , Zn^{2+} , Mn^{2+} , $Fe^{2+/3+}$, Al^{3+} , Cr^{3+}
- Li^{+} , Na^{+}, K^{+} , NH_4^{+} , Ca^{2+} , Sr^{2+} , Ba^{2+}

Kationen

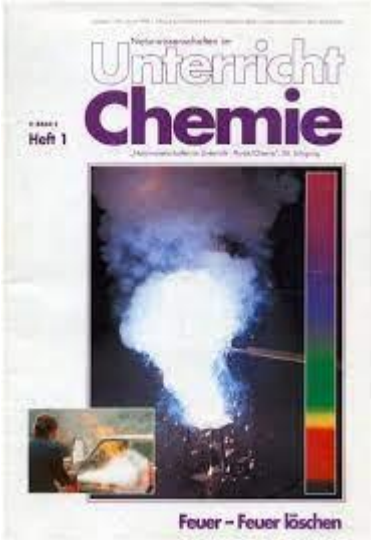
- F^{-} , Cl^{-} , Br^{-} , I^{-}
- S^{2-} , SO_4^{2-}
- NO_3^{-} , PO_4^{3-}
- CO_3^{2-} , Oxalat $C_2O_4^{2-}$, SiO_2

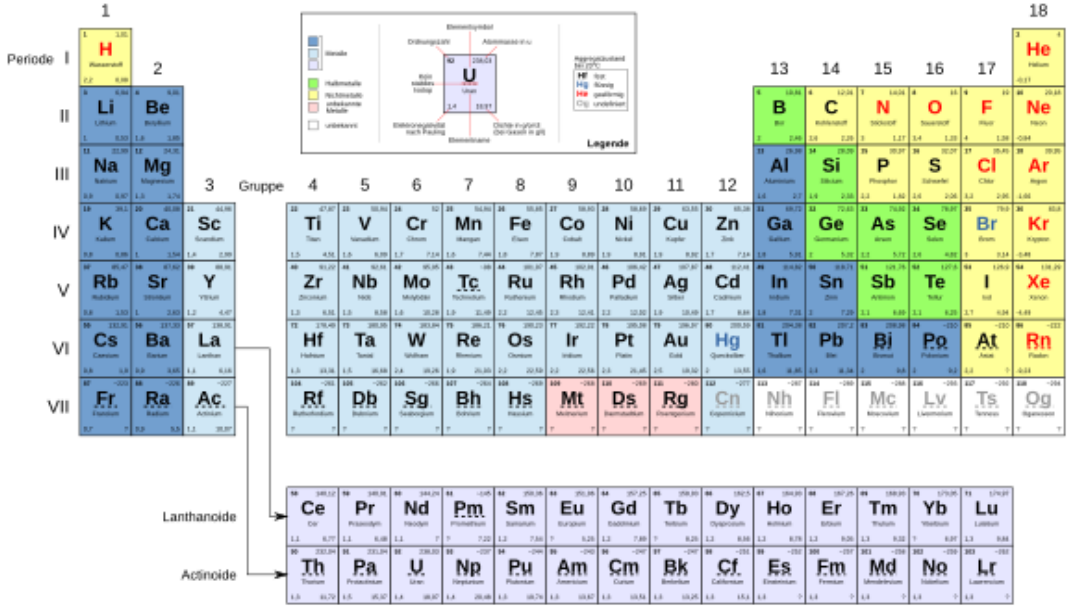
Anionen

Kationen der 1. Hauptgruppe

4.1 Die Ionen der 1.Hauptgruppe

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





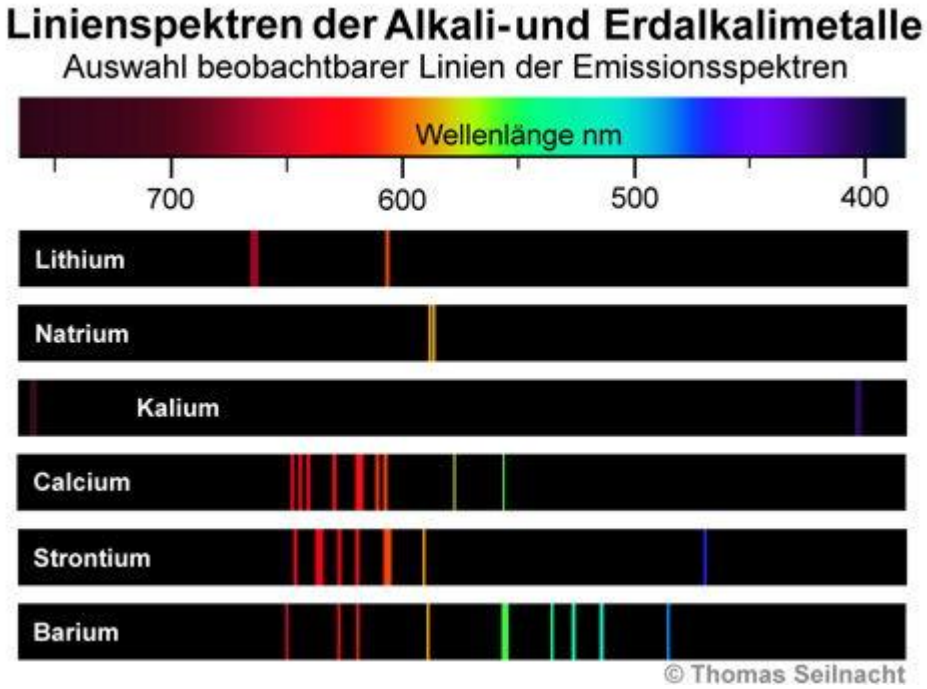
Li Na K

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. KNO_3 + 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.



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 entsprechendes 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 (Auswalregeln: $\Delta l = \pm 1$, $\Delta S = 0$).

- 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.

Entstehung der Flammenfarbe

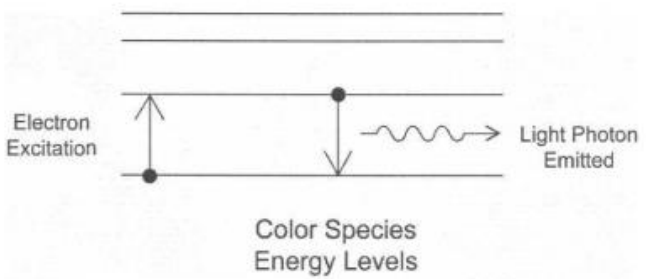
Licht-emittierende Verbindungen müssen während des Abbrandes entstehen!

Element	Emitting species	Wavelength [nm]	Color	Compounds
lithium	atomic Li	670.8 497 460 427, 413	red blue-green blue violet	$LiNO_3$, $LiClO_3$
strontium	SrCl SrCl SrCl SrOH SrOH atomic Sr	675.6, 674.5, 662.0, 661.4 648.5, 636.2, 623.9 400.9, 396.1, 393.7 682.0, 667.5, 659.0 646.0, 605.0 460.7	red orange violet red orange blue	$Sr(NO_3)_2$, $SrCO_3$
sodium	atomic Na	589.6, 589.0	yellow	$Na_2C_2O_4$, NaCl, $NaCO_3$
barium	BaCl BaCl BaOH BaOH BaO atomic Ba atomic Ba	649 532.1, 524.1, 516.2, 513.8, 507 512 487 629, 622, 617, 610, 604 660 553.5	red green green blue-green orange red green	$Ba(NO_3)_2$, $Ba(ClO_3)_2$, $BaSO_4$, BaO
copper	CuCl CuOH CuO	428–452, 476–488 525–555	violet, blue green red	Cu, CuO, $CuSO_4$, CuS, $(NH_4)_2Cu(SO_4)_2$, $Cu(C_2H_3O_2)_2$

color	λ [nm]
infrared	> 780
red	780 – 610
yellow	610 – 570
green	570 – 500
blue	500 – 450
violet	450 – 400
ultraviolet	< 400

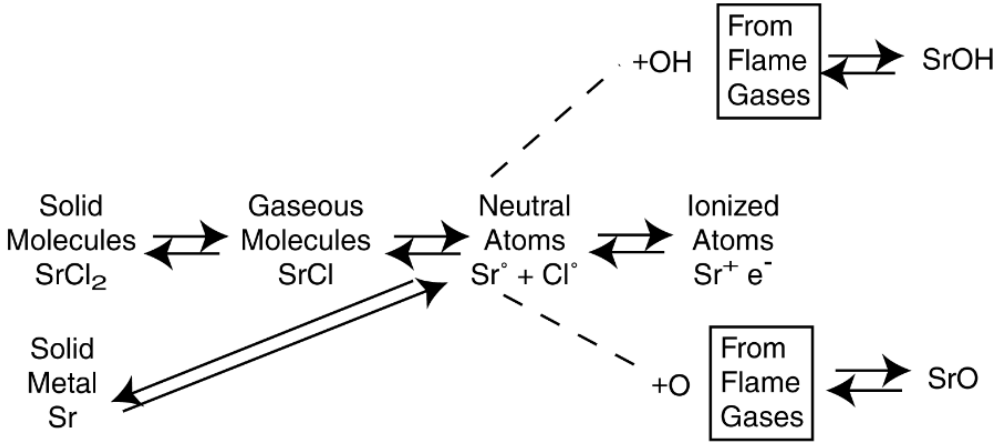
sichtbares Spektrum

Elektronenübergänge zwischen Energieniveaus, die einer Wellenlänge von ca. 400 – 700 nm entsprechen, also im sichtbaren Bereich liegen, können wir mit dem Auge sehen.



J. A. Concling: Chemistry of Pyrotechnics, *Basic Principles and Theory* **1985**, Dekker, New York.
T. M. Klapötke, G. Steinhauser, *Angew. Chem. Int. Ed.* **2008**, *47*, 3330-3347. T. M. Klapötke, G. Steinhauser, *Angew. Chem.* **2008**, *120*, 3376-3394.

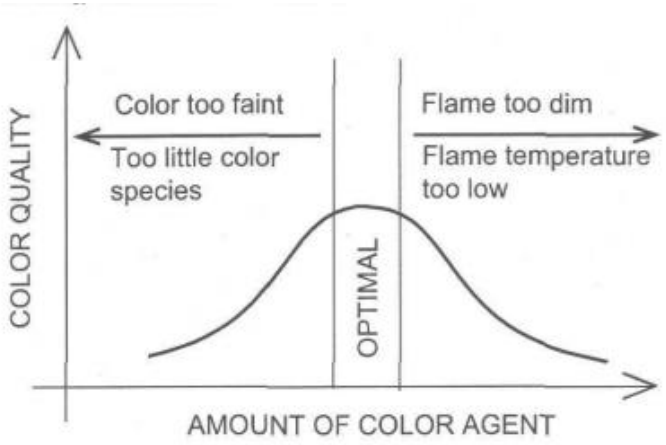
Kationen der 1. Hauptgruppe



Entstehung der licht-emittierenden Spezies abhängig von:

- Reaktionstemperatur
- Siede- und Zersetzungstemperaturen
- Reaktionsabläufe bzw. Reaktionsmechanismen

Qualität der Flammenfarbe abhängig von der Menge der entstandenen licht-emittierenden Spezies:



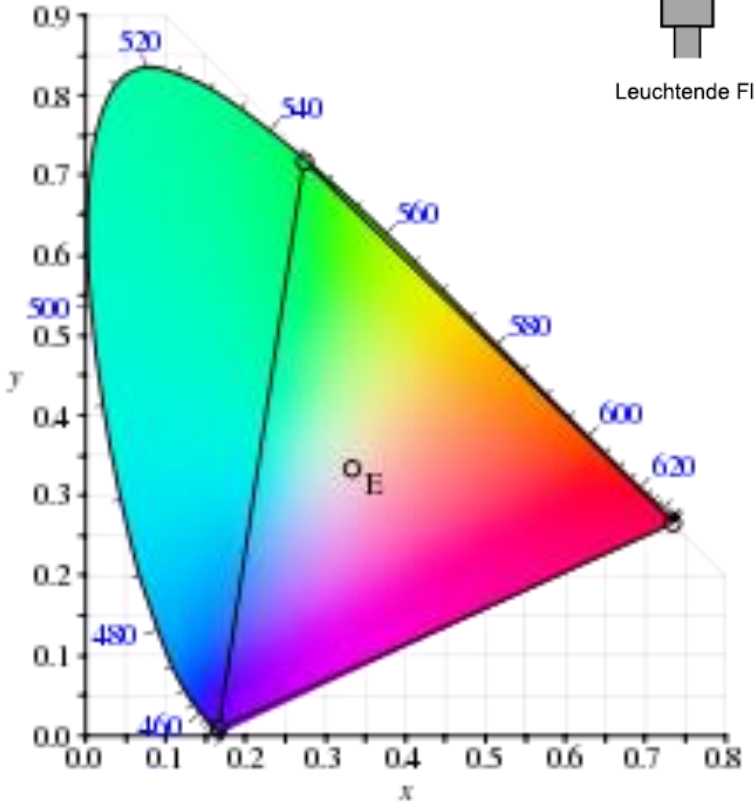
B. E. Douda, Theory of Colored Flame Production, U.S. Naval Ammunition Depot, Crane, Indiana, 1964.

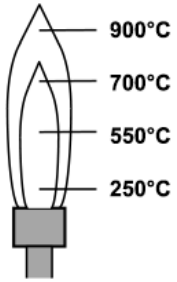
Kationen der 1. Hauptgruppe

Entstehung der Flammenfarbe

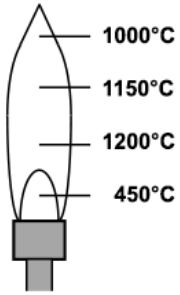
z.B.: grüne Flammenfarbe: nur $Ba(NO_3)_2$ in Flamme halten vs. $Ba(NO_3)_2$ mit HCl in Flamme halten

Element	Emitting species	Wavelength [nm]	Color	Compounds
lithium	atomic Li	670.8 497 460 427, 413	red blue-green blue violet	$LiNO_3$, $LiClO_3$
strontium	SrCl SrCl SrCl SrOH SrOH atomic Sr	675.6, 674.5, 662.0, 661.4 648.5, 636.2, 623.9 400.9, 396.1, 393.7 682.0, 667.5, 659.0 646.0, 605.0 460.7	red orange violet red orange blue	$Sr(NO_3)_2$, $SrCO_3$
sodium	atomic Na	589.6, 589.0	yellow	$Na_2C_2O_4$, NaCl, $NaCO_3$
barium	BaCl BaCl BaOH BaOH BaO atomic Ba atomic Ba	649 532.1, 524.1, 516.2, 513.8, 507 512 487 629, 622, 617, 610, 604 660 553.5	red green green blue-green orange red green	$Ba(NO_3)_2$, $Ba(ClO_3)_2$, $BaSO_4$, BaO
copper	CuCl CuOH CuO	428–452, 476–488 525–555	violet, blue green red	Cu, CuO, $CuSO_4$, CuS, $(NH_4)_2Cu(SO_4)_2$, $Cu(C_2H_3O_2)_2$

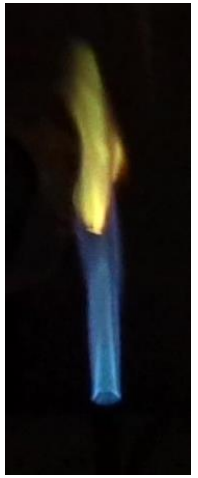




Leuchtende Flamme



Nicht leuchtende Flamme (rauschende Flamme)



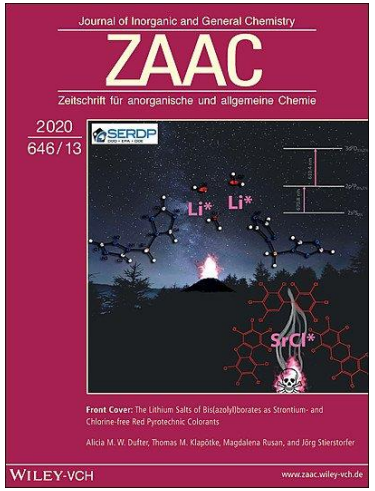
Lithium

- Ähnlichkeiten mit Mg („Schrägbeziehung“)
- Meisten Li-Salze hygroskopisch
- In der Natur hauptsächlich als Silikat oder Phosphat
- Schwerlöslich sind LiF, Li_2CO_3 , Li_3PO_4
- Nachweis durch Fällung von Phosphat im Alkalischen:

→ Lösung aus Dinatriumhydrogenphosphat, die z.B. mit NaOH versetzt wurde, erhitzen, wobei Lithiumphosphat ausfällt

$$3\ Li^+ + HPO_4^{2-} + OH^- \longrightarrow Li_3PO_4 + H_2O$$

Farbloser Niederschlag
Leicht löslich in Säure → Lösung muss alkalisch sein



Natrium

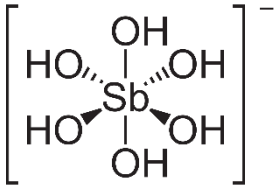
- Viele mineralische Vorkommen in der Natur, jedoch für Nachweisreaktionen keine geeigneten Vorbilder (entweder Löslichkeit zu groß – NaCl, $NaNO_3$, Na_2SO_4 - oder zu komplex für Analytik – Feldspate)
- Als Fällungsform geeignet ist Natriumhexahydroxoantimonat(V) $Na[Sb(OH)_6]$ allerdings ist vorherige Abtrennung aller anderen Ionen außer K^+ im Trennungsgang erforderlich!

→ $Na[Sb(OH)_6]$ ist im Gegensatz zum entsprechenden Kaliumsalz schwer löslich

- Reaktion ausgehend von Sb(V) – Kaliumanitmonat $K[Sb(OH)_6]$
- Lösung muss schwach alkalisch sein, sonst fällt amorphe Antimonsäure aus
- Lösung darf keine NH_4^+ - Ionen enthalten, da sonst auch amorphe Antimonsäure ausfällt
- Lösung darf nicht zu verdünnt sein

$$Na^+ + [Sb(OH)_6]^- \longrightarrow Na[Sb(OH)_6]$$

farbloser, kristalliner Niederschlag

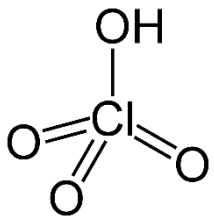


Kalium

- 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
  - ➢ Analysensubstanz mit etwas HCl erhitzen, filtrieren und das Filtrat mit Perchlorsäure $HClO_4$ versetzen → Kaliumperchlorat $KClO_4$ fällt aus

$$K^+ + ClO_4^- \longrightarrow KClO_4$$

farbloser Niederschlag



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