



Seminar zum Anorganisch- chemischen Lehramtspraktikum LAAC2

Dr. Magdalena Rusan

19.04.2026



Anorganisch-chemisches Praktikum - Qualitativer Teil

Anorganisch-chemisches Praktikum Qualitativer Teil

- 3-wöchiges Blockpraktikum: *Versuche qualitative Analyse + ausgewählte anorganische Versuche (geeignet für den Schulunterricht)*
- Zeitraum: vom 21.09.2026 bis 09.10.2026
- ganztags von 9 bis 17 Uhr
- Labore Haus D Praktikumsebene
- Klausur am 31.07.2026 von 13:00-15:00 Uhr im Liebig-HS (<https://www.cup.lmu.de/anmeld/acla2prakkl/>);
Wiederholungsklausur am 28.09.2026 von 13:00 bis 15:00 Uhr im Buchner-HS
- Voraussetzung: bestandenes Grundpraktikum: Praktikum (**und** Klausur)



Qualitative Analysen

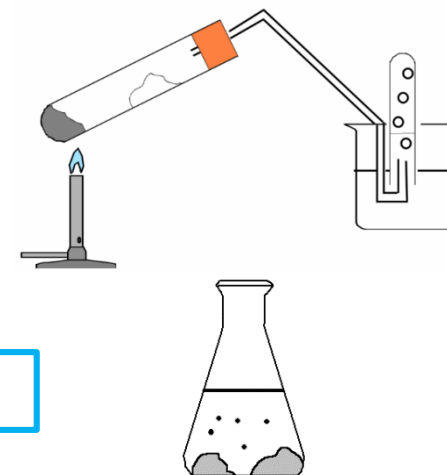
Was ist drinnen?

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

Hier: Nachweis von Kationen und Anionen

Einzelanalysen von Kationen und Anionen, Mischanalysen Kationen

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



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

Anorganisch-chemisches Praktikum - Qualitativer Teil



Periodensystem der Elemente

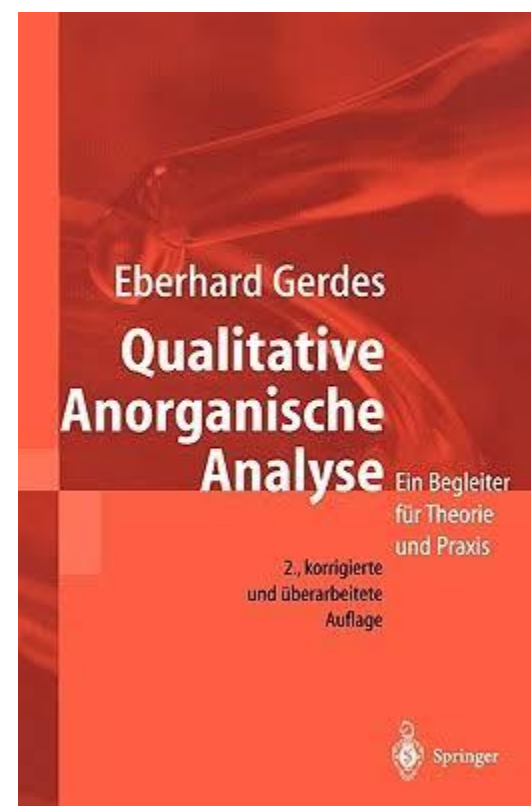
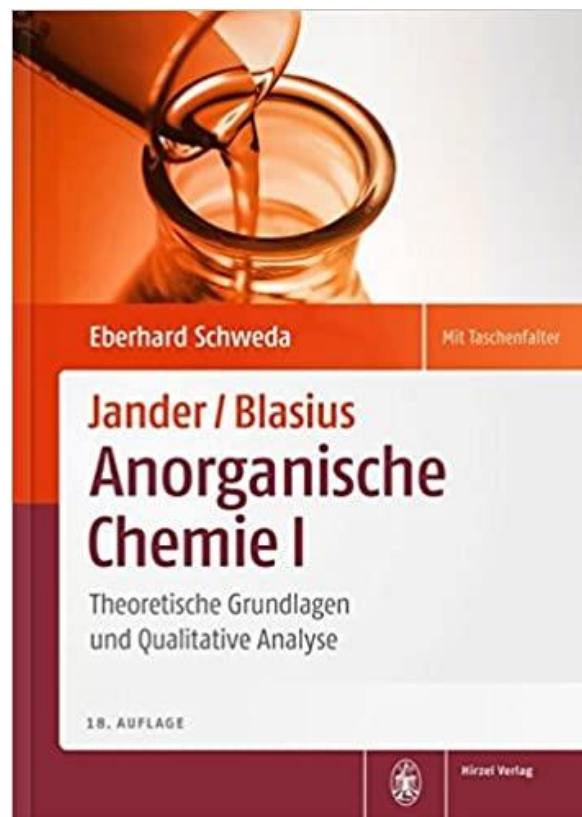
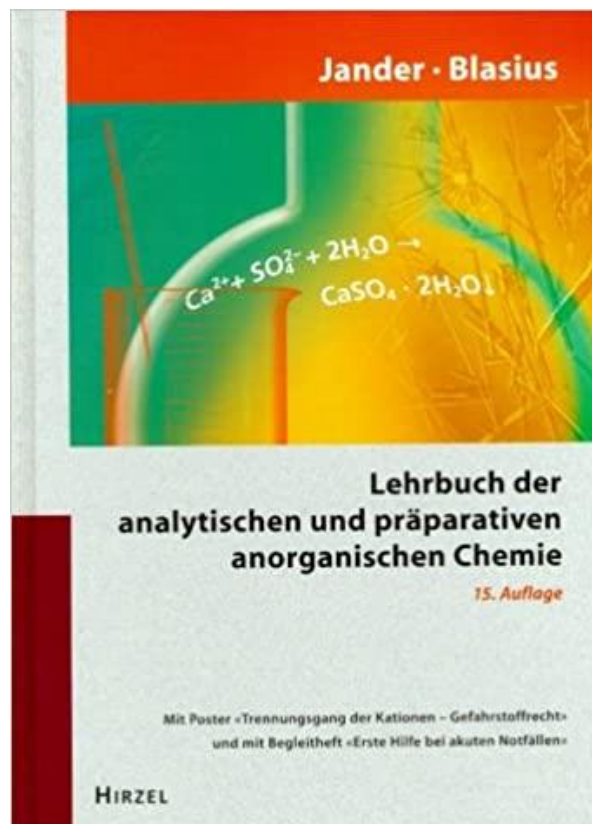
I																	VIII						
1	2											10											
H Wasserstoff 1.01	He Helium 4.00																						
3	4											5	6	7	8	9	10						
Li Lithium 6.94	Be Beryllium 9.01																	B Bor 10.81	C Kohlenstoff 12.01	N Stickstoff 14.01	O Sauerstoff 15.999	F Fluor 18.998	Ne Neon 20.18
11	12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

- Auswahl bestimmter Elemente, die in **Salzen** als **Kationen** und **Anionen** nachgewiesen werden sollen. Z.B.: NaCl, KNO₃
- **Stoffchemie** (Eigenschaften und Verhalten) von ausgewählten Verbindungen und Elementen sowie **Nachweisreaktionen** werden besprochen.
- Skript und eigene Recherche zu Nachweisreaktionen
- Laborjournal führen!

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



Literatur





Wie gehe ich bei der qualitativen Analyse vor?

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

Methode:
Nachweisreaktionen

Anorganisch-chemisches Praktikum - Qualitativer Teil

Übersicht

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

2.1 Lösungsversuche

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

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

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

Was jetzt noch unlöslich ist, wird einem Schmelzaufschluss unterzogen!



2.2 Schmelzaufschlüsse

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

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

2.2.1 Oxidationsschmelze mit Kaliumnitrat

2.2.2 Kaliumhydrogensulfat-Aufschluss für basische Oxide und Oxosalze

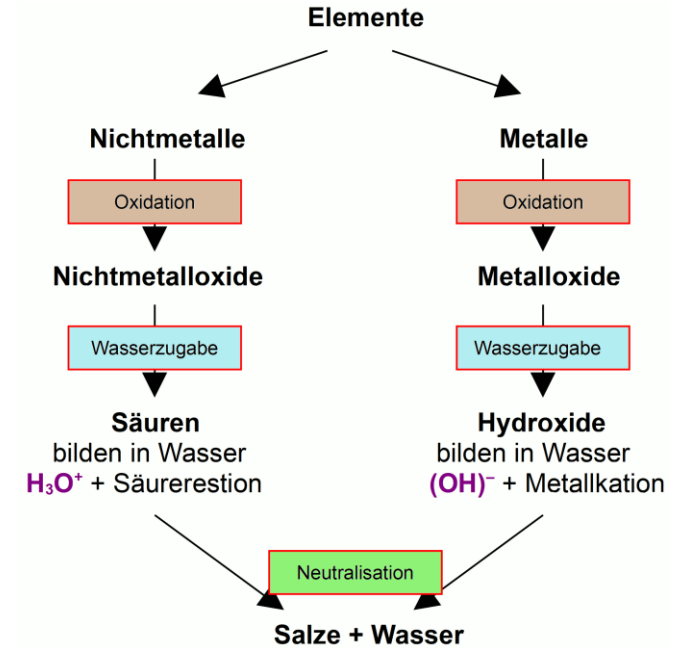
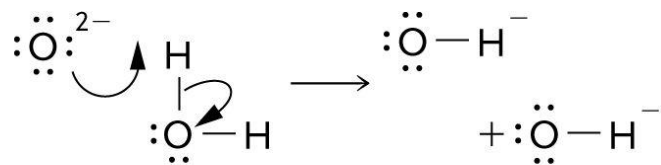
2.2.3 Soda-Pottasche-Aufschluss für saure Oxide und Oxosalze

2.2.4 Freiburger Aufschluss für Zinnstein SnO_2

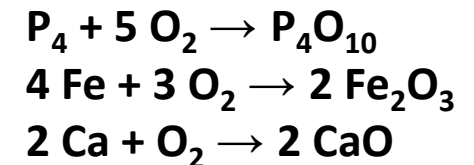
Oxide

Oxide

- Ein Oxid ist eine Verbindung von Sauerstoff mit einem Element, das elektropositiver ist, als das Element Sauerstoff.
- Sauerstoff bildet mit allen Elementen Verbindungen, außer mit He, Ne, Ar und Kr.
- Die wichtigsten und häufigsten Verbindungen sind die Oxide mit der Oxidationszahl -2 des Sauerstoffs. Die Bindung variiert von überwiegend ionisch bis überwiegend kovalent.
- **Metalloxide** z.B. Na₂O 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>



Oxide

- Fast alle **Nichtmetalloxide** z.B. CO₂, oder SO₃ sind **saure Oxide**
- Viele reagieren mit H₂O unter Bildung von Säuren; man nennt sie auch Säureanhydride

generell gilt:

Metalloxid + Wasser = Base

Nichtmetalloxid + Wasser = Säure

Nichtmetalloxid + Base = Salz + Wasser

Nichtmetalloxid + Metalloxid = Salz



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

Oxide



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

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

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

Oxide



Periodensystem der Elemente

← Metalle und Metalloide Nichtmetalle (+ H) →

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

1 IA	2 IIA											13 IIIA	14 IVA	15 VA	16 VIA	17 VIIA	18 VIIIA																														
1 K 1 H Wasserstoff 1,008 2,1	2 L 3 Li Lithium 6,94 1,0	4 Be Beryllium 9,0121831(5) 1,5											5 B Bor 10,81 2,0	6 C Kohlenstoff 12,011 2,5	7 N Stickstoff 14,007 3,0	8 O Sauerstoff 15,999 3,5	9 F Fluor 18,99840316 4,0	10 Ne Neon 20,1797(6)																													
3 M 11 Na Natrium 22,98976928 0,9	12 Mg Magnesium 24,305 1,2	3 IIIB	4 IVB	5 VB	6 VIB	7 VIIB	8 VIII	9 VIII	10 VIII	11 IB	12 IIB	13 Al Aluminium 26,9815385(7) 1,5	14 Si Silicium 28,085 1,8	15 P Phosphor 30,97376199 2,1	16 S Schwefel 32,06 2,5	17 Cl Chlor 35,45 3,0	18 Ar Argon 39,948(1)																														
4 N 19 K Kalium 39,0983(1) 0,8	20 Ca Calcium 40,078(4) 1,0	21 Sc Scandium 44,955908(5) 1,3	22 Ti Titan 47,867(1) 1,5	23 V Vanadium 50,9415(1) 1,6	24 Cr Chrom 51,9961(6) 1,6	25 Mn Mangan 54,938044(3) 1,5	26 Fe Eisen 55,845(2) 1,8	27 Co Cobalt 58,933194(4) 1,8	28 Ni Nickel 58,6934(4) 1,8	29 Cu Kupfer 63,546(3) 1,9	30 Zn Zink 65,38(2) 1,6	31 Ga Gallium 69,723(1) 1,6	32 Ge Germanium 72,630(8) 1,8	33 As Arsen 74,921595(6) 2,0	34 Se Selen 78,971(8) 2,4	35 Br Brom 79,904 2,8	36 Kr Krypton 83,798(2)																														
5 O 37 Rb Rubidium 85,4678(3) 0,8	38 Sr Strontium 87,62(1) 1,0	39 Y Yttrium 88,90584(2) 1,3	40 Zr Zirkonium 91,224(2) 1,4	41 Nb Niob 92,90637(2) 1,6	42 Mo Molybdän 95,95(1) 1,8	43 Tc Technetium [98] 1,8	44 Ru Ruthenium 101,07(2) 2,2	45 Rh Rhodium 102,90550(2) 2,2	46 Pd Palladium 106,42(1) 2,2	47 Ag Silber 107,8682(2) 1,9	48 Cd Cadmium 112,414(4) 1,7	49 In Indium 114,818(1) 1,7	50 Sn Zinn 118,710(7) 1,8	51 Sb Antimon 121,760(1) 1,9	52 Te Tellur 127,60(3) 2,1	53 I Iod 126,90447(3) 2,5	54 Xe Xenon 131,293(6)																														
6 P 55 Cs Cäsium 132,9054519 0,7	56 Ba Barium 137,327(7) 0,9	57 La Lanthanoide	72 Hf Hafnium 178,486(6) 1,3	73 Ta Tantal 180,94788(2) 1,5	74 W Wolfram 183,84(1) 1,7	75 Re Rhenium 186,207(1) 1,9	76 Os Osmium 190,23(3) 2,2	77 Ir Iridium 192,217(3) 2,2	78 Pt Platin 195,084(9) 2,2	79 Au Gold 196,966569(5) 2,4	80 Hg Quecksilber 200,592(3) 1,9	81 Tl Thallium 204,38 1,8	82 Pb Blei 207,2(1) 1,8	83 Bi Bismut 208,98040(1) 1,9	84 Po Polonium [209] 2,0	85 At Astat [210] 2,2	86 Rn Radon [222]																														
7 Q 87 Fr Francium [223] 0,7	88 Ra Radium [226] 0,9	89 Ac Actinoide	104 Rf Rutherfordium [267]	105 Db Dubnium [268]	106 Sg Seaborgium [271]	107 Bh Bohrium [270]	108 Hs Hassium [269]	109 Mt Meitnerium [276]	110 Ds Darmstadtium [281]	111 Rg Röntgenium [280]	112 Cn Copernicium [285]	113 Nh Nihonium [284]	114 Fl Flerovium [289]	115 Mc Moscovium [288]	116 Lv Livermorium [293]	117 Ts Tenness [294]	118 Og Oganesson [294]																														
Alkali- metalle		Erdalkali- metalle		Übergangsmetalle, Nebengruppen										Borgruppe (Triele)	Tetrel- e	Pnictogene (Pentele)	Chalkogene	Halogene	Edelgase																												
s-Block (+ He)		d-Block Elemente										p-Block Elemente (ausser He)																																			
↓		↓										↓																																			
Periode, Schale																																															
	<table border="1"> <tr> <td>6 P 57 La Lanthan 138,90547(7) 1,1</td> <td>58 Ce Cer 140,116(1) 1,1</td> <td>59 Pr Praseodym 140,90766(2) 1,1</td> <td>60 Nd Neodym 144,242(3) 1,1</td> <td>61 Pm Promethium [145] 1,1</td> <td>62 Sm Samarium 150,36(2) 1,2</td> <td>63 Eu Europium 151,964(1) 1,2</td> <td>64 Gd Gadolinium 157,25(3) 1,2</td> <td>65 Tb Terbium 158,92535(2) 1,2</td> <td>66 Dy Dysprosim 162,500(1) 1,2</td> <td>67 Ho Holmium 164,93033(2) 1,2</td> <td>68 Er Erbium 167,259(3) 1,2</td> <td>69 Tm Thulium 168,93422(2) 1,2</td> <td>70 Yb Ytterbium 173,045(10) 1,2</td> <td>71 Lu Lutetium 174,9668(1) 1,2</td> </tr> <tr> <td>7 Q 89 Ac Actinium [227] 1,1</td> <td>90 Th Thorium 232,0377(4) 1,3</td> <td>91 Pa Protactinium 231,03588(2) 1,5</td> <td>92 U Uran 238,02891(3) 1,4</td> <td>93 Np Neptunium [237] 1,3</td> <td>94 Pu Plutonium [244] 1,3</td> <td>95 Am Americium [243] 1,3</td> <td>96 Cm Curium [247] 1,3</td> <td>97 Bk Berkelium [247] 1,3</td> <td>98 Cf Californium [251] 1,3</td> <td>99 Es Einsteinium [252] 1,3</td> <td>100 Fm Fermium [257] 1,3</td> <td>101 Md Mendelevium [258] 1,3</td> <td>102 No Nobelium [259] 1,3</td> <td>103 Lr Lawrencium [262] 1,3</td> </tr> </table>																	6 P 57 La Lanthan 138,90547(7) 1,1	58 Ce Cer 140,116(1) 1,1	59 Pr Praseodym 140,90766(2) 1,1	60 Nd Neodym 144,242(3) 1,1	61 Pm Promethium [145] 1,1	62 Sm Samarium 150,36(2) 1,2	63 Eu Europium 151,964(1) 1,2	64 Gd Gadolinium 157,25(3) 1,2	65 Tb Terbium 158,92535(2) 1,2	66 Dy Dysprosim 162,500(1) 1,2	67 Ho Holmium 164,93033(2) 1,2	68 Er Erbium 167,259(3) 1,2	69 Tm Thulium 168,93422(2) 1,2	70 Yb Ytterbium 173,045(10) 1,2	71 Lu Lutetium 174,9668(1) 1,2	7 Q 89 Ac Actinium [227] 1,1	90 Th Thorium 232,0377(4) 1,3	91 Pa Protactinium 231,03588(2) 1,5	92 U Uran 238,02891(3) 1,4	93 Np Neptunium [237] 1,3	94 Pu Plutonium [244] 1,3	95 Am Americium [243] 1,3	96 Cm Curium [247] 1,3	97 Bk Berkelium [247] 1,3	98 Cf Californium [251] 1,3	99 Es Einsteinium [252] 1,3	100 Fm Fermium [257] 1,3	101 Md Mendelevium [258] 1,3	102 No Nobelium [259] 1,3	103 Lr Lawrencium [262] 1,3
6 P 57 La Lanthan 138,90547(7) 1,1	58 Ce Cer 140,116(1) 1,1	59 Pr Praseodym 140,90766(2) 1,1	60 Nd Neodym 144,242(3) 1,1	61 Pm Promethium [145] 1,1	62 Sm Samarium 150,36(2) 1,2	63 Eu Europium 151,964(1) 1,2	64 Gd Gadolinium 157,25(3) 1,2	65 Tb Terbium 158,92535(2) 1,2	66 Dy Dysprosim 162,500(1) 1,2	67 Ho Holmium 164,93033(2) 1,2	68 Er Erbium 167,259(3) 1,2	69 Tm Thulium 168,93422(2) 1,2	70 Yb Ytterbium 173,045(10) 1,2	71 Lu Lutetium 174,9668(1) 1,2																																	
7 Q 89 Ac Actinium [227] 1,1	90 Th Thorium 232,0377(4) 1,3	91 Pa Protactinium 231,03588(2) 1,5	92 U Uran 238,02891(3) 1,4	93 Np Neptunium [237] 1,3	94 Pu Plutonium [244] 1,3	95 Am Americium [243] 1,3	96 Cm Curium [247] 1,3	97 Bk Berkelium [247] 1,3	98 Cf Californium [251] 1,3	99 Es Einsteinium [252] 1,3	100 Fm Fermium [257] 1,3	101 Md Mendelevium [258] 1,3	102 No Nobelium [259] 1,3	103 Lr Lawrencium [262] 1,3																																	
	<p> OZ Sy Elementname Atommasse EN </p> <p> OZ = Ordnungszahl Sy = Elementsymbol (Gas, Flüssigkeit) EN = Elektronegativität </p>																																														

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

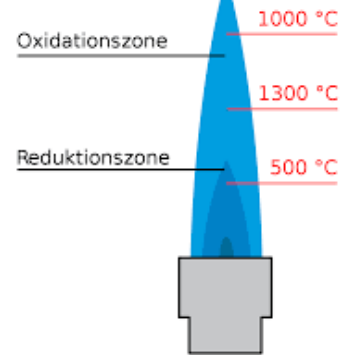
Oxidationsschmelze



2.2.1 Oxidationsschmelze

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

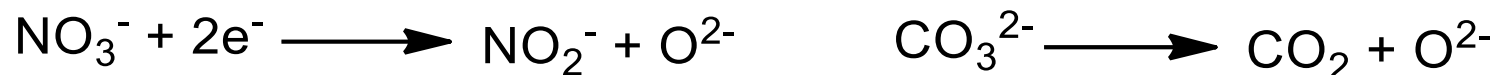
Ursubstanz auf gut ausgeglühter Magnesiumrinne mit einer Mischung aus 3 Teilen KNO_3 oder NaNO_3 und 2 Teilen K_2CO_3 oder Na_2CO_3 vermengen und in der Oxidationsflamme des Bunsenbrenners schmelzen.



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

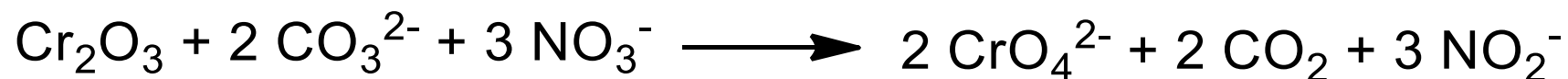


In Salzschnmelzen finden Austauschreaktionen statt. So werden bei Salzen mit sauerstoffhaltigen Anionen wie Na_2CO_3 und KNO_3 etc. Oxidationen von basischen auf saure Teilchen der Schmelze übertragen. So lässt sich das Konzept der Säuren und Basen auch auf die Reaktionen in Salzschnmelzen übertragen:

Basen in Oxidschnmelzen sind O^{2-} - Donatoren

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

gilt generell

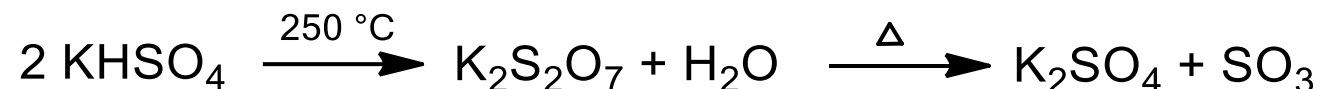


Saurer Aufschluss

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 $250\text{ }^\circ\text{C}$ entweicht H_2O unter Bildung von $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_7$ (Kaliumdisulfat oder Pyrosulfat), welches als Oxidionen-Akzeptor wirkt und damit das eigentliche Aufschlussmittel ist.



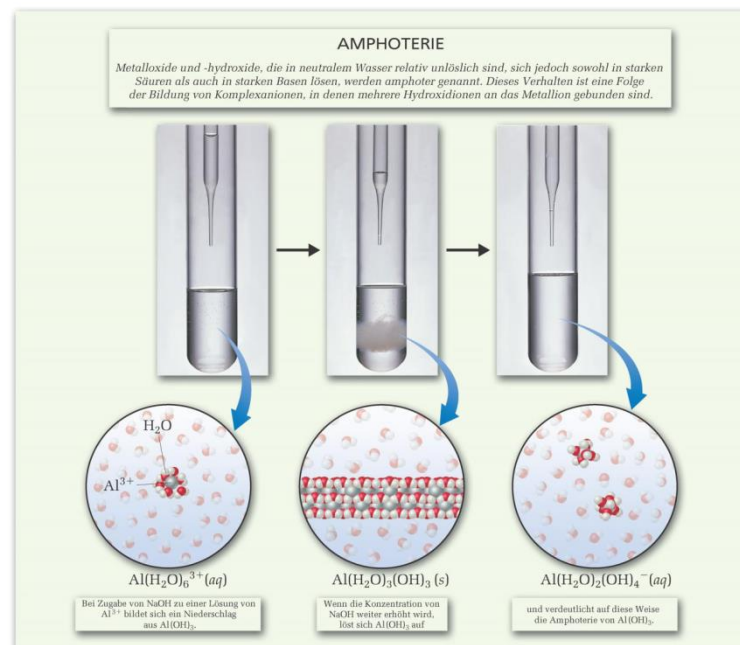
Bei hohen Temperaturen zersetzt sich $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_7$ unter Bildung von Schwefeltrioxid SO_3 . Aus der Schmelze dürfen daher möglichst keine SO_3 -Nebel entweichen, sonst ist die Reaktionstemperatur zu hoch.



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 \rightarrow NaOH dazu geben, um das in der Schmelze vorliegende Natriumaluminat NaAlO_2 in Tetrahydroxyaluminat $[\text{Al}(\text{OH})_4]^-$ zu überführen, welches durch Zugabe von Säure als $\text{Al}(\text{OH})_3$ gefällt wird.

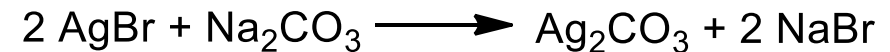


Soda-Pottasche-Aufschluss

2.2.3 Soda-Pottasche-Aufschluss

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



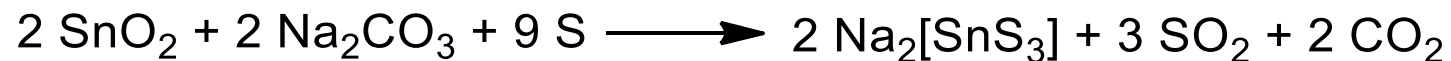
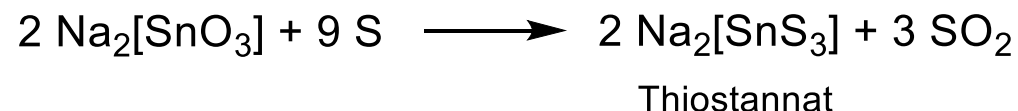
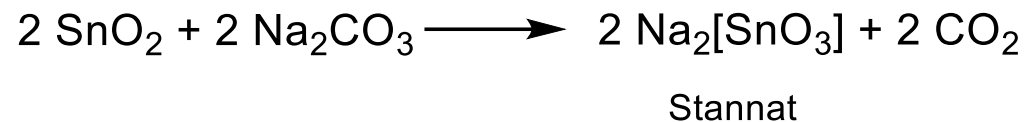
Der zu untersuchende Rückstand wird mit der 4- bis 6-fachen Menge einer Soda-Pottasche-Mischung (51,5% Na_2CO_3 und 48,5% K_2CO_3 Smp. 710 °C) vermengt und ca. 10 min lang erhitzt, bis ein klarer Schmelzfluss entsteht. Wenn die CO_2 -Entwicklung (Schäumen) abklingt, wird abgeschreckt, gemörsert und mit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

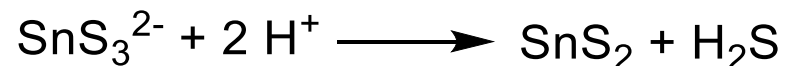
Freiberger-Aufschluss

2.2.4 Freiberger-Aufschluss

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



Die aufzuschließende Substanz wird mit ca. der 6-fachen Menge eines Gemisches aus gleichen Anteilen Schwefel und 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.





Anorganisch-chemisches Praktikum - Qualitativer Teil

3. Trennungsversuche

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

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

4. Nachweisreaktionen

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



3 Trennungsmethoden

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

Kationen-Trennungsgang

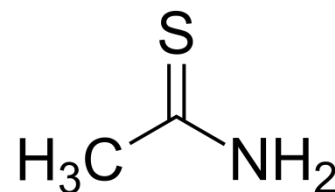
3.1 Der „klassische Kationen-Trennungsgang“

1. Die HCl-Gruppe: 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+} , $\text{Fe}^{2+/3+}$, Al^{3+} , Cr^{3+}
4. Die Ammoniumcarbonatgruppe: Ca^{2+} , Sr^{2+} , Ba^{2+}
5. Die „lösliche Gruppe“: Li^+ , Na^+ , K^+ , NH_4^+ , Mg^{2+}

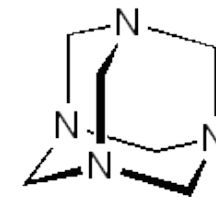
Die Fällungsreagenzien

- Schwefelwasserstoff H_2S und Thioacetamid
- Ammoniumsulfid $(\text{NH}_4)_2\text{S}$
- Urotropin
- Ammoniumcarbonat $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$

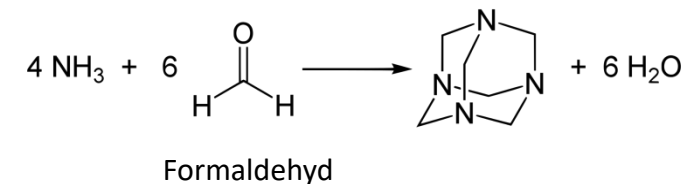
Thioacetamid



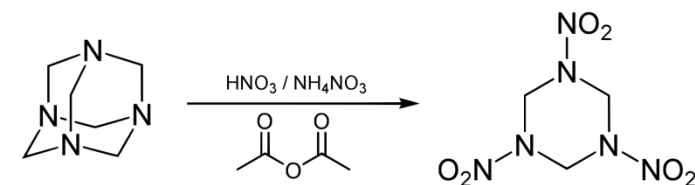
Urotropin – Hexamethylentetramin



Desinfektion der Harnwege

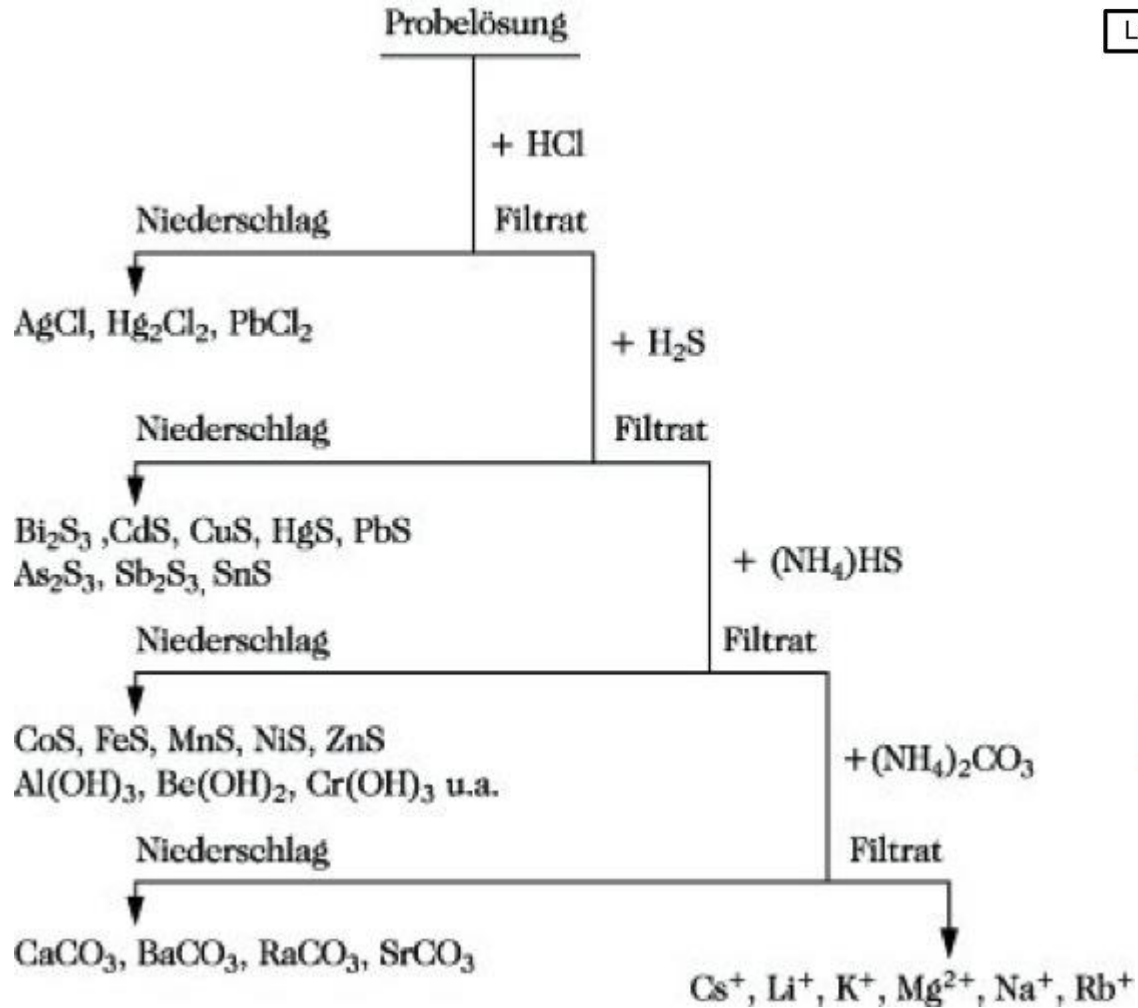


Anwendung

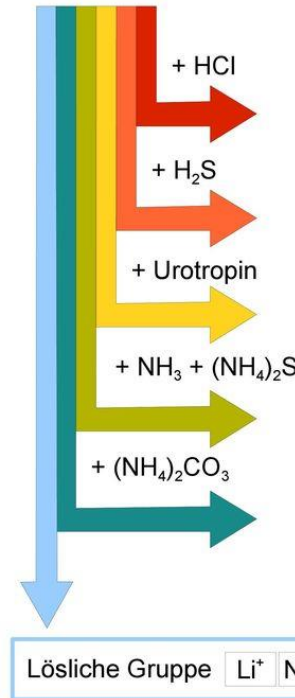
Explosivstoff Hexogen
(RDX)



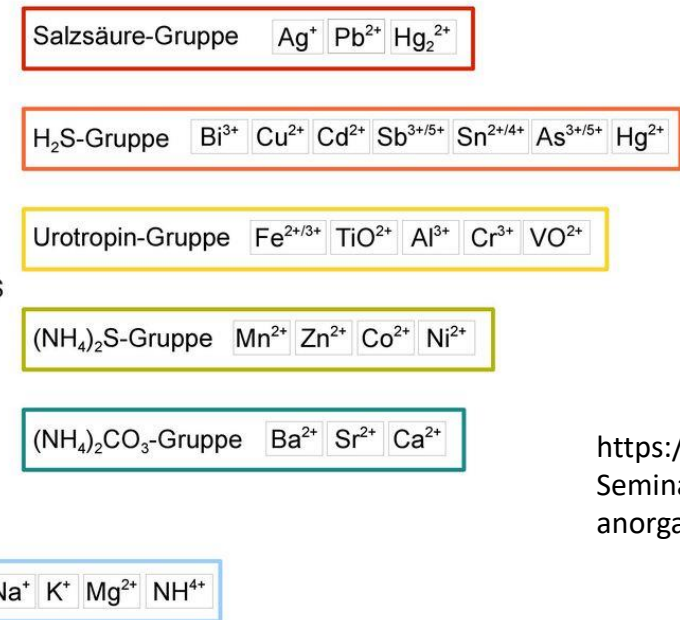
Kationen-Trennungsgang



Lösung der Ursubstanz



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



3.2 Anionentrennung

Trennungsgang: Ausgangslösung: Filtrat des Sodauszuges

Prinzip: Bildung schwerlöslicher Salze

1. $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$ -Gruppe (I. Gruppe): F^- , CO_3^{2-} , SiO_4^{4-} , PO_4^{3-} , $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$, (AsO_4^{3-})
2. $\text{Ba}(\text{NO}_3)_2$ -Gruppe (II. Gruppe): SO_4^{2-} , (CrO_4^{2-})
3. $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2$ -Gruppe (II. Gruppe): S^{2-} , CN^- , $([\text{Fe}(\text{CN})_6]^{3-/4-})$ (rotes und gelbes Blutlaugensalz)
4. AgNO_3 -Gruppe (IV. Gruppe): Cl^- , Br^- , I^- , Thiocyanat SCN^- , Thiosulfat $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$, 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



Nachweisreaktionen und Chemie der Elemente

Einzelnachweise im nasschemischen Trennungsgang und „Chemie der Elemente“

Einzelnachweise und Chemie der Elemente

- 1. Hauptgruppenelemente
- 2. Nebengruppen-Elemente

Kationen und Anionen im Praktikum

Ionen im Praktikum

- Cu^{2+} , Bi^{3+} , Sb^{3+} , Sn^{2+}
- Co^{2+} , Zn^{2+} , Mn^{2+} , $\text{Fe}^{2+/3+}$, Al^{3+} , Cr^{3+}
- Li^{+} , Na^{+} , K^{+} , NH_4^{+} , Ca^{2+} , Sr^{2+} , Ba^{2+}
- F^{-} , Cl^{-} , Br^{-} , I^{-}
- S^{2-} , SO_4^{2-}
- NO_3^{-} , PO_4^{3-}
- CO_3^{2-} , Oxalat $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$, SiO_2

Kationen

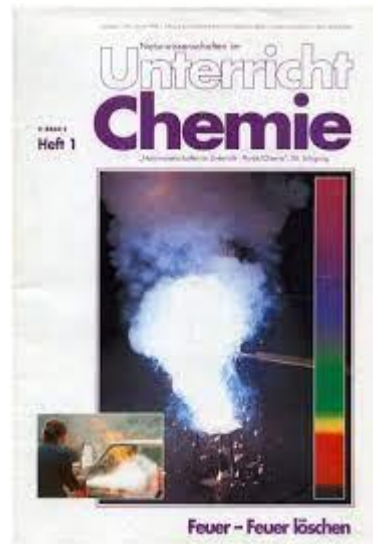
Anionen



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!

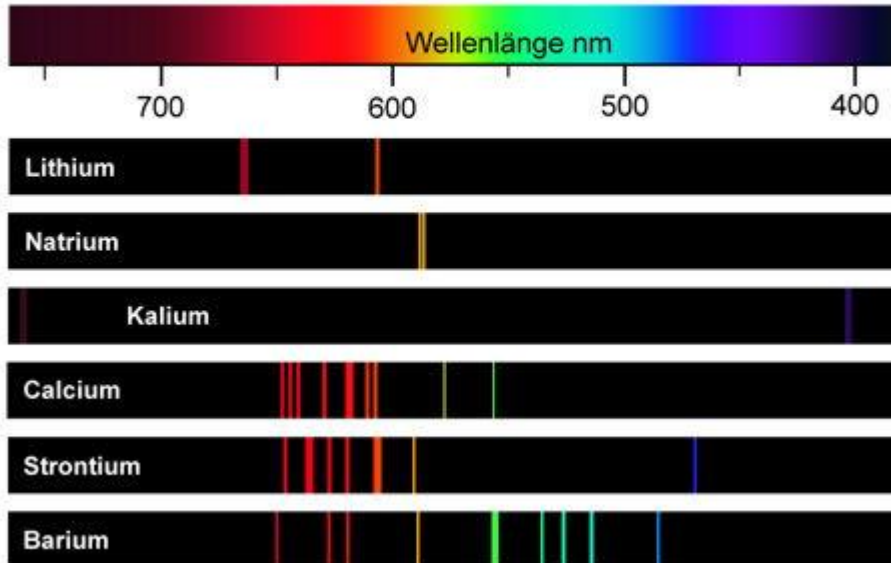
z.B. $\text{KNO}_3 + \text{Mg}$ „pyrotechnische Mischung“

Kationen der 1. Hauptgruppe

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

Linienpektren der Alkali- und Erdalkalimetalle

Auswahl beobachtbarer Linien der Emissionsspektren



© Thomas Seilnacht

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

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

Na: gelborange Doppellinie bei 589 nm

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



Kationen der 1. Hauptgruppe

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

Kationen der 1. Hauptgruppe

Entstehung der Flammenfarbe

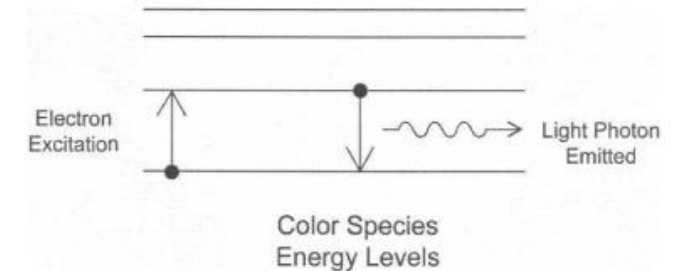
Licht-emittierende Verbindungen müssen während des Abbrandes entstehen!

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 ₂ C ₂ O 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) ₂ Cu(SO ₄) ₂ , Cu(C ₂ H ₃ O 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.



Kationen der 1. Hauptgruppe

Emission Color	Light-Emitting Species	Primary Wavelengths (Approximate, nm)
Red	SrCl	600–700 (overall)
	SrOH	625–670
	Li (atomic emission)	610–670
Orange	CaOH	550–640 (overall)
	CaCl	550–625
Yellow	Na (atomic emission)	589 (dominant sodium "d-line")
		570–600 (overall)
Green	BaCl	500–530
	BaOH	490–525
	CuOH	500–600
	BO ₂	470–580 with 546 dominant ^{d,e}
Blue		415–550 (overall)
	CuCl	415–550
	CuBr	400–550 ^f
	CuI	460–475 ^g

^a Meyerriecks and Kosanke (2003).

^b Sabatini (2018).

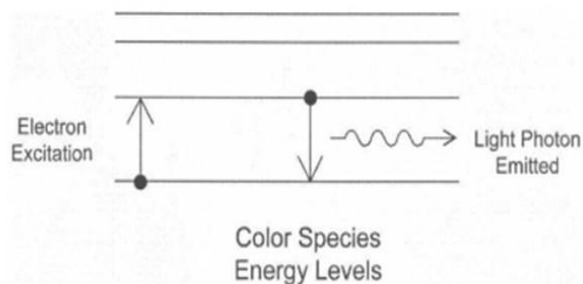
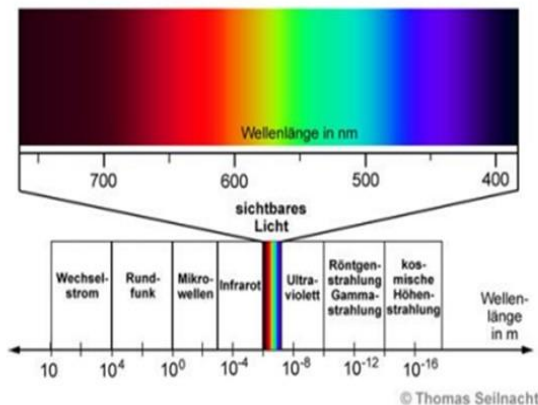
^c Douda, Theory of Colored Flame Production (1964).

^d Young, et al. (2009).

^e Poret and Sabatini (2013).

^f Juknelevicious, et al. (2015).

^g Klapötke, et al. (2014).



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

Die **Plancksche Beziehung** besagt:

$$E = h \cdot f$$

Die Frequenz von Wellen entspricht $\frac{c}{\lambda}$

$$E = h \cdot \frac{c}{\lambda}$$

Erklärung der Planckschen Beziehung

Für die einzelnen Werte gilt:

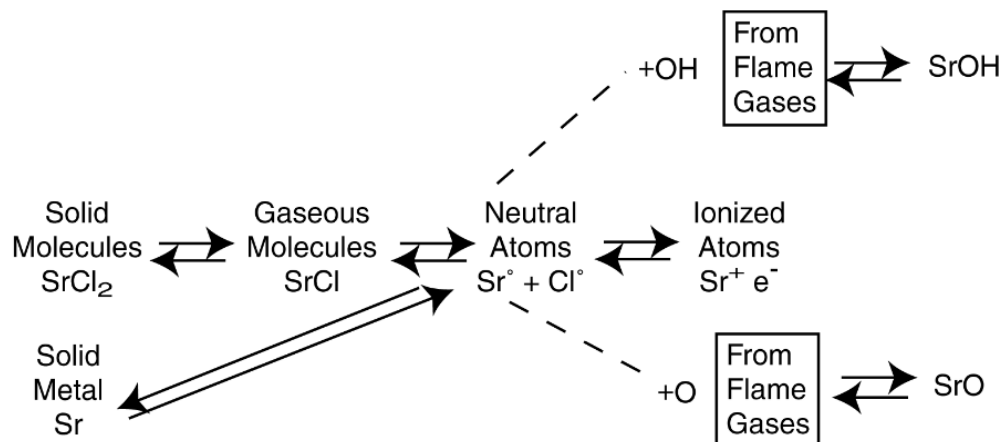
- E ist die Energie des Lichts
- $h = 6,6 \cdot 10^{-34} \text{Js}$ ist das **Plancksche Wirkungsquantum** (konstant)
- $c = 3 \cdot 10^8 \frac{\text{m}}{\text{s}}$ ist die **Lichtgeschwindigkeit** (konstant)

Da h und c konstant sind, ist die Energie proportional zur Frequenz bzw. Wellenlänge.

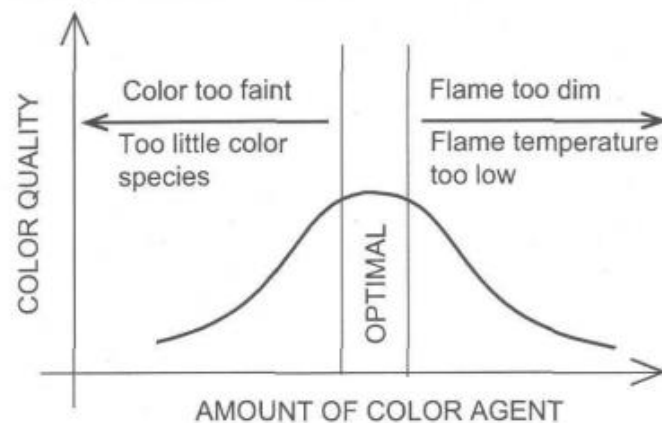
Kationen der 1. Hauptgruppe

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:



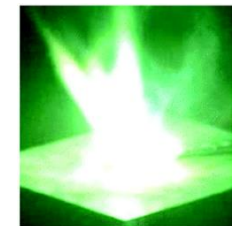
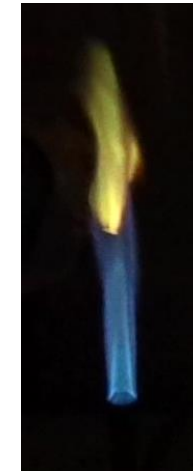
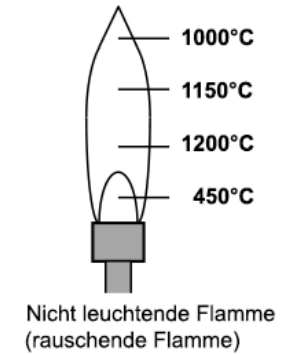
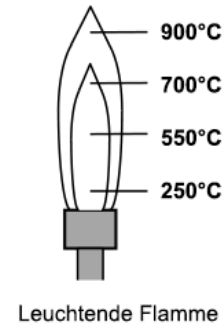
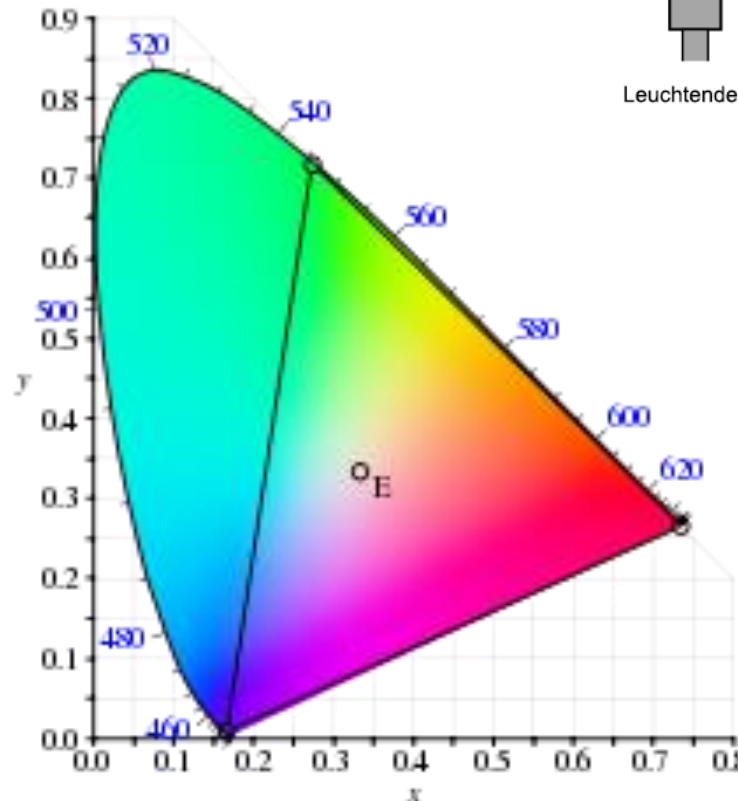


Kationen der 1. Hauptgruppe

Entstehung der Flammenfarbe

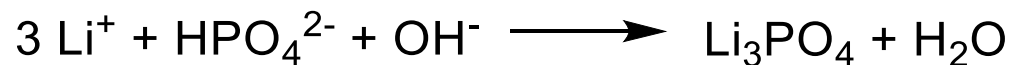
z.B.: grüne Flammenfarbe: nur $\text{Ba}(\text{NO}_3)_2$ in Flamme halten vs. $\text{Ba}(\text{NO}_3)_2$ mit HCl in Flamme halten

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



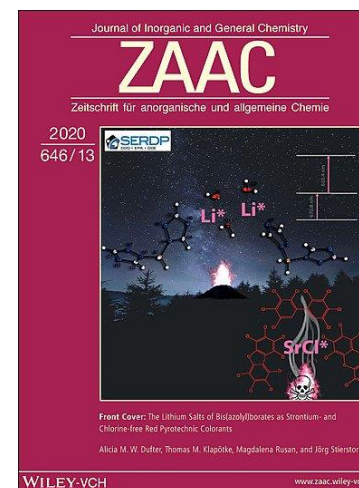
Lithium

- Ähnlichkeiten mit Mg („Schrägbeziehung“)
- Meisten Li-Salze hygroskopisch
- In der Natur hauptsächlich als Silikat oder Phosphat
- Schwerlöslich sind LiF, Li₂CO₃, Li₃PO₄
- Nachweis durch Fällung von Phosphat im Alkalischen:
→ Lösung aus Dinatriumhydrogenphosphat, die z.B. mit NaOH versetzt wurde, erhitzen, wobei Lithiumphosphat ausfällt



Farbloser Niederschlag

Leicht löslich in Säure → Lösung muss alkalisch sein

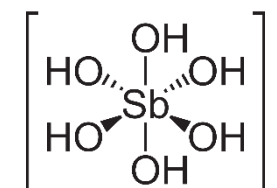


Natrium

- Viele mineralische Vorkommen in der Natur, jedoch für Nachweisreaktionen keine geeigneten Vorbilder (entweder Löslichkeit zu groß – NaCl, NaNO₃, Na₂SO₄ – 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) – Kaliumantimonat K[Sb(OH)₆]
- Lösung muss schwach alkalisch sein, sonst fällt amorphe Antimonsäure aus
- Lösung darf keine NH₄⁺ - Ionen enthalten, da sonst auch amorphe Antimonsäure ausfällt
- Lösung darf nicht zu verdünnt sein

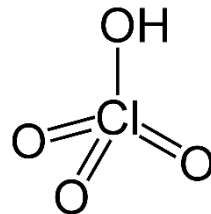


Kalium

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



farbloser Niederschlag



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

