

## Anorganisch-Chemisches Praktika für Studierende der PHYS, GEÖK, AGEW, MWT und TVWL:

### Analyse 4: Vollanalyse

Dr. Christopher Anson

INSTITUT FÜR ANORGANISCHE CHEMIE



KIT – Universität des Landes Baden-Württemberg und  
nationales Forschungszentrum in der Helmholtz-Gemeinschaft

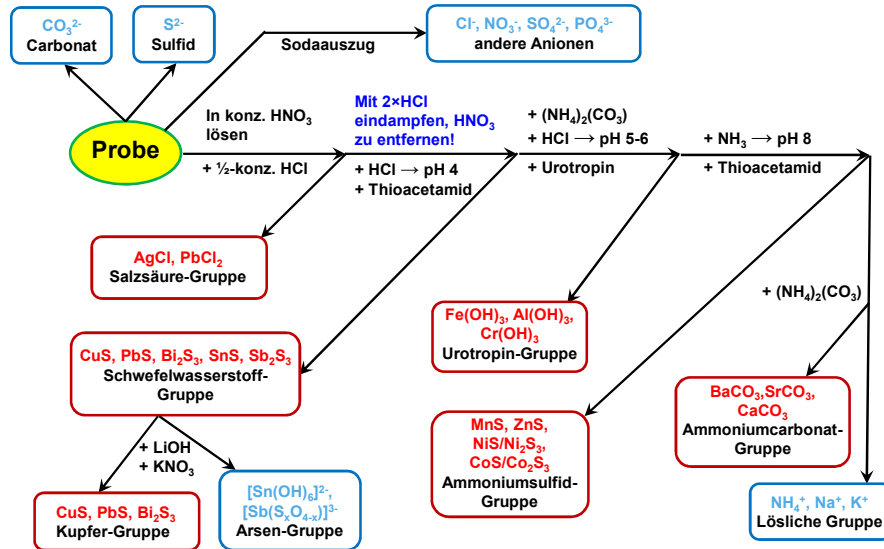
www.kit.edu

## Vollanalyse

- Sie haben bisher die einzelne Teilanalyse geübt und durchgeführt.
- Jetzt müssen Sie eine Vollanalyse mit alle mögliche Kationen und Anionen aus Analyse 1 - 4, durchführen.
- Die einzelnen Trennungsgänge und Analysen müssen *in der richtigen Reihenfolge* ausgeführt werden (d.h. Analyse 3 → 2 → 1b → 1a!).
- Die **Übergänge zwischen den Analysen** sind wichtig!
- Die einzelne Nachweise werden hier nicht wiederholt – siehe Seminare zu Analysen 1-3...

Dieses Seminar dient teilweise als Wiederholung der anderen Seminare. Aber solche Wiederholung ist nötig, um die Teilanalyse richtig zusammenpassen zu können!

## Gesamter Trennungsgang

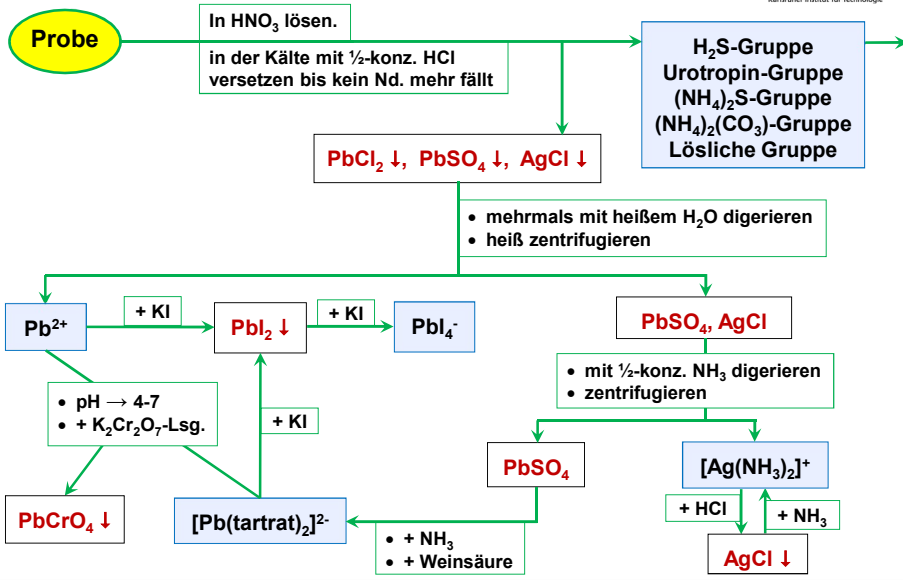


## Vollanalyse

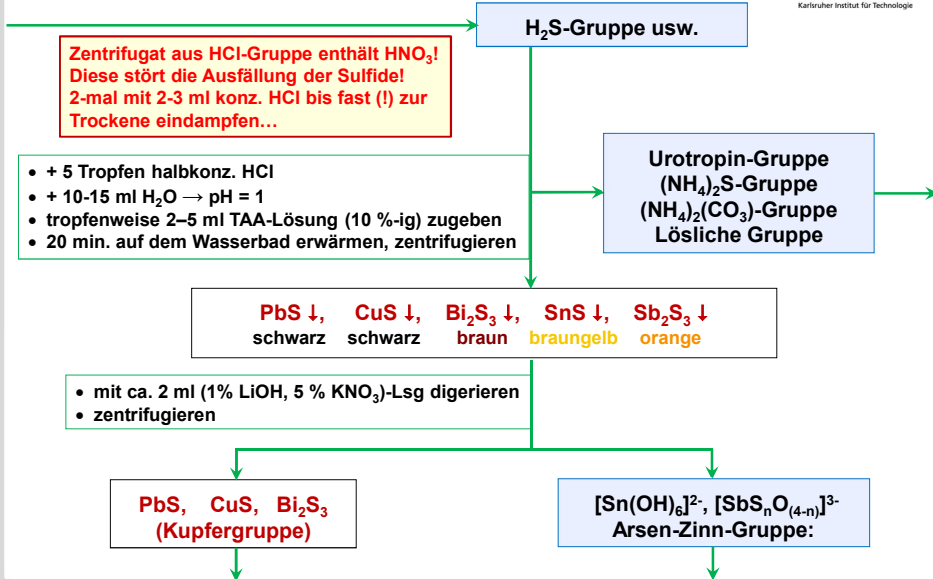
### Vorgehensweise:

- 1) Probe anschauen!
  - Auffällige Kristalle? (Farbe, Form)
  - Geruch? (H<sub>2</sub>S, NH<sub>3</sub>...Vorsichtig!)
- 2) Mischen / Mörsern!
  - Ursubstanz vollständig mörsern.
- 3) Anionennachweise
  - CO<sub>3</sub><sup>2-</sup> (aus Ursubstanz)
  - S<sup>2-</sup> (aus Ursubstanz)
  - Sodaauszug
- 4) Kationenvorproben (aus Ursubstanz)
  - Phosphorsalzperle und Oxidationsschmelze,
  - Bismutratsche
  - Spektroskopieren
  - NH<sub>4</sub><sup>+</sup>-Nachweis
- 5) (Teil der) Ursubstanz in verd. oder konz. HNO<sub>3</sub> lösen
- 6) Trennungsgang
- 7) Einzelnachweise der Kationen
- 8) Hauptprotokoll schreiben und Feierabend!

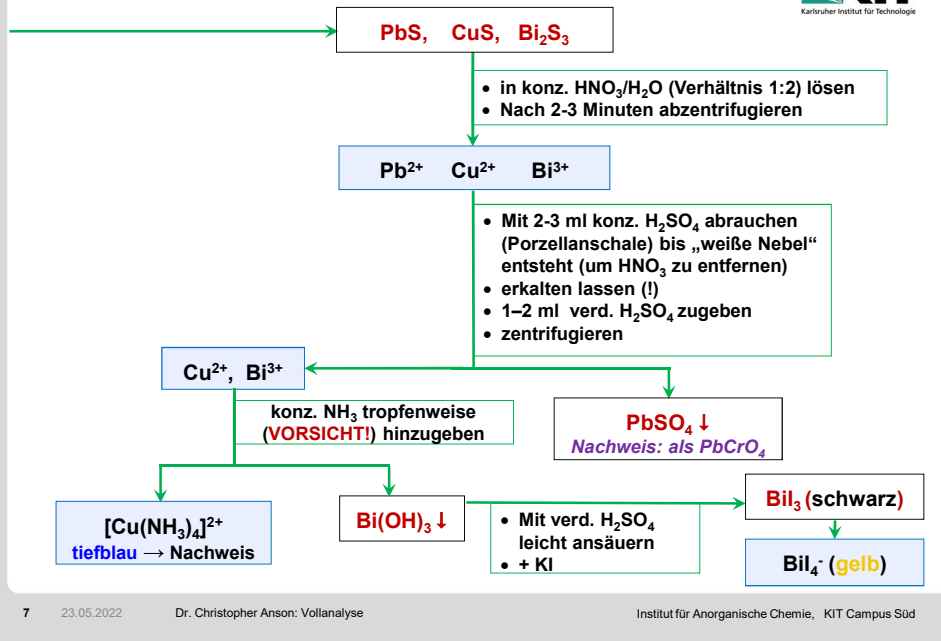
## Trennungsgang der Salzsäure-Gruppe



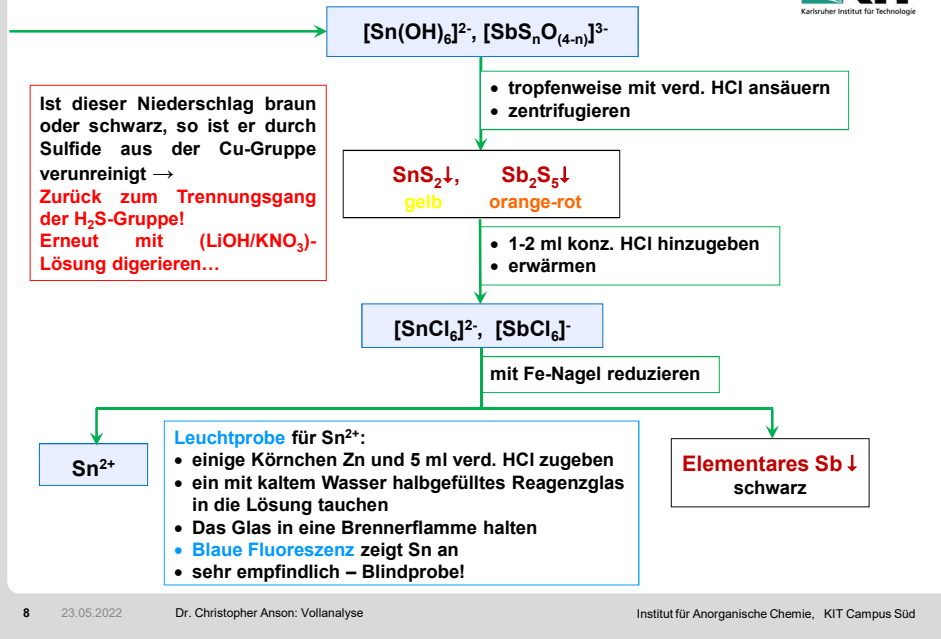
## Trennungsgang: Schwefelwasserstoff-Gruppe



## Trennungsgang: Kupfer-Gruppe



## Trennungsgang: Arsen-Zinn-Gruppe



## Trennungsgang: Urotropin-Gruppe

$\text{Fe}^{3+}$ ,  $\text{Al}^{3+}$ ,  $\text{Cr}^{3+}$ ,  
( $\text{NH}_4$ )<sub>2</sub>S-Gruppe, ( $\text{NH}_4$ )<sub>2</sub>(CO<sub>3</sub>)-Gruppe, Lösliche Gruppe

- einige Tropfen H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> ( $\text{Fe}^{2+} \rightarrow \text{Fe}^{3+}$ ) zugeben, erhitzen und verkochen.
- Ethanol zugeben ( $\text{Cr}^{\text{VI}} \rightarrow \text{Cr}^{3+}$ ;  $\text{Mn}^{\text{VII}} \rightarrow \text{Mn}^{2+}$ ), erhitzen und einengen.
- Ggf. unlöslichen weißen Rückstand abzentrifugieren und auf Al prüfen.

- bis zur bleibenden Trübung tropfenweise mit ( $\text{NH}_4$ )<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> versetzen.
- verd. HCl zutropfen bis die Trübung verschwindet.
- erhitzen und 10%-Urotropin-Lösung tropfenweise zugeben bis die Fällung vollständig ist.
- Niederschlag mit 1-2 ml H<sub>2</sub>O kochen, nochmal zentrifugieren

$\text{Fe}(\text{OH})_3 \downarrow$ ,  $\text{Al}(\text{OH})_3 \downarrow$ ,  $\text{Cr}(\text{OH})_3 \downarrow$   
rotbraun weiß graugrün

( $\text{NH}_4$ )<sub>2</sub>S-Gruppe  
( $\text{NH}_4$ )<sub>2</sub>(CO<sub>3</sub>)-Gruppe  
Lösliche Gruppe

in möglichst wenig  
verd. HCl lösen

- mit HCl neutralisieren
- Einige Tropfen NH<sub>3</sub>-Lsg + 100 mg NH<sub>4</sub>Cl zugeben
- erhitzen

$\text{Al}(\text{OH})_3 \downarrow$   
Nachweis: Thénards Blau

$\text{Fe}^{3+}$ ,  $\text{Al}^{3+}$ ,  $\text{Cr}^{3+}$

$[\text{Al}(\text{OH})_4]^-$ ,  $\text{CrO}_4^{2-}$

$\text{CrO}_4^{2-}$   
Nachweis: BaCrO<sub>4</sub>

Alkalischer Sturz!

$\text{Fe}(\text{OH})_3 \downarrow$   
Nachweis:  $\text{Fe}(\text{SCN})_3$

## Trennungsgang: Ammoniumsulfid-Gruppe

$\text{Mn}^{2+}$ ,  $\text{Zn}^{2+}$ ,  $\text{Co}^{2+}$ ,  $\text{Ni}^{2+}$ , ( $\text{NH}_4$ )<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>-Gruppe, Lösliche Gruppe

- Lösung einengen auf ca. 5 ml
- halbkonz. NH<sub>3</sub> zutropfen bis pH = 8
- Thioacetamid-Lösung (10 %-ig) zutropfen
- ca. 15 min. auf dem Wasserbad erhitzen

( $\text{NH}_4$ )<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>-Gruppe  
Lösliche Gruppe

$\text{MnS} \downarrow$ ,  $\text{ZnS} \downarrow$ ,  $\text{NiS} / \text{Ni}_2\text{S}_3 \downarrow$ ,  $\text{CoS} / \text{Co}_2\text{S}_3 \downarrow$   
fleisch weiß schwarz schwarz

- kühlen lassen
- einige ml verd. HCl zugeben

$\text{Mn}^{2+}$ ,  $\text{Zn}^{2+}$

Alkalischer Sturz!

$\text{NiS} / \text{Ni}_2\text{S}_3$ ,  $\text{CoS} / \text{Co}_2\text{S}_3$

$\text{MnO}(\text{OH})_2 \downarrow$   
Nachweis: mit PbO<sub>2</sub>

$[\text{Zn}(\text{OH})_4]^{2-}$

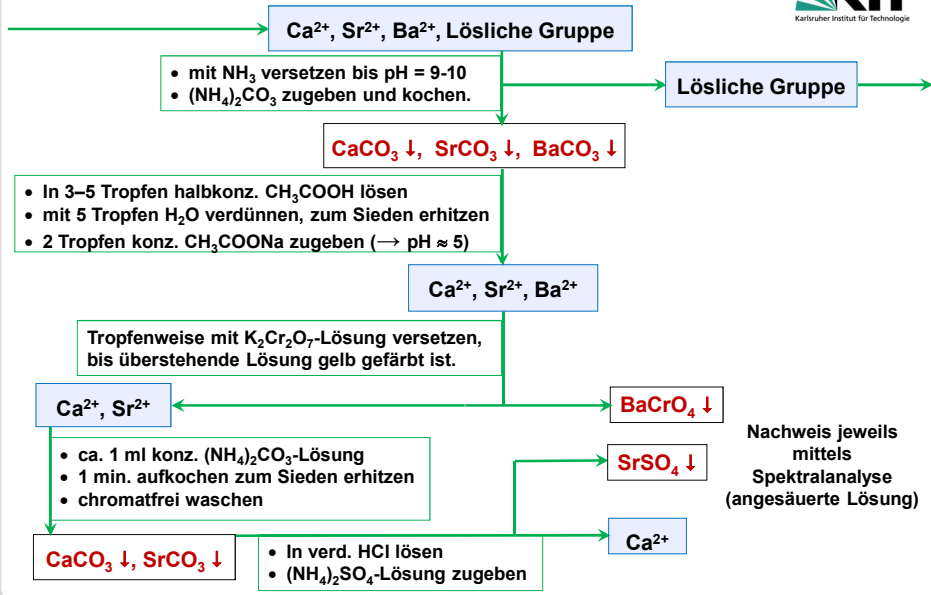
- CH<sub>3</sub>CO<sub>2</sub>H zutropfen bis pH = 8
- Thioacetamid-Lösung zutropfen

- in 2 mol/l CH<sub>3</sub>CO<sub>2</sub>H + H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> lösen
- H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> verkochen!
- S<sub>8</sub> abzentrifugieren

$\text{ZnS} \downarrow$   
Nachweis: Rinmanns Grün

$\text{Ni}^{2+}$ ,  $\text{Co}^{2+}$   
Nachweise:  
 $[\text{Ni}(\text{dado})_2]_2$ ,  $[\text{Co}(\text{SCN})_4]^{2-}$

## Trennungsgang: Ammoniumcarbonat-Gruppe



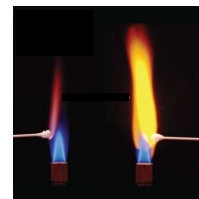
## Nachweise: Lösliche Gruppe



...die letzte Schritte!

### Na<sup>+</sup>, K<sup>+</sup>:

- Nachweis mittels Spektralanalyse (Spektroskop)  
(...wie auch Ca<sup>2+</sup>, Sr<sup>2+</sup>, Ba<sup>2+</sup>)



### Mg<sup>2+</sup>:

- Nachweis mit Magneson/Titangelb

### NH<sub>4</sub><sup>+</sup>:

- 5-10 mg gemörsete Ursubstanz in einem kleinen Reagenzglas mit 5 Tropfen NaOH-Lösung versetzen.
- NH<sub>4</sub><sup>+</sup> wird als NH<sub>3</sub> nachgewiesen (Geruch, blaue Färbung des Indikatorpapiers).



**Vollanalyse erledigt!!**