

Protokoll

4.3 Analytik der I. und II. Hauptgruppe
vom 14.11.2002

Aufgabenstellung

- Nachweis der Elemente der 1. und 2. Hauptgruppe

Geräte

- Tüpfelplatte, Pipetten, Objektträger
- Bunsenbrenner, Mikroskop
- Reagenzgläser, Reagenzglasklammer

Chemikalien

- LiCl, Na₂HPO₄, NaOH
- K⁺-haltige Lsg., Na₃[Co(NO₂)₆]-Lsg.
- KCl-Lsg., HClO₄-Lsg.
- Mg²⁺-Salzlsg., HCl(verd.), Titangelb
- Mg²⁺-Salzlsg., HCl(verd.), Chinalizarinlsg.
- MgCl₂-Lsg., NH₄Cl, NH₃, NaNH₄HPO₄

Durchführung und Beobachtung

Li ⁺ als Li ₃ PO ₄	<ul style="list-style-type: none">- Kochen einer Lithiumsalzlsg. mit Na₂HPO₄- es entsteht ein weißer, flockiger Niederschlag (in Säure leicht löslich)- quantitative Fällung ist nur bei vorheriger Zugabe von NaOH möglich- $3\text{LiCl} + \text{Na}_2\text{HPO}_4 + \text{NaOH} \rightarrow \text{Li}_3\text{PO}_4 \downarrow + 3\text{NaCl} + \text{H}_2\text{O}$
K ⁺ als K ₂ Na[Co(NO ₂) ₆]	<ul style="list-style-type: none">- die K⁺-Lsg. muss neutral oder schwach sauer und nicht zu verdünnt sein- 5 Tr. der Probelsg. werden mit 2 Tr. frisch bereiteter, kaltgesättigter Na₃[Co(NO₂)₆]-Lsg. versetzt- es entsteht eine gelborange Fällung von K₂Na[Co(NO₂)₆]- $2\text{K}^+ + \text{Na}^+ + [\text{Co}(\text{NO}_2)_6]^{3-} \rightarrow \text{K}_2\text{Na}[\text{Co}(\text{NO}_2)_6]$ <p>Störung: Rb⁺, Cs⁺, Tl⁺ reagieren analog NH₄⁺-Salze ergeben einen analogen Nd. (durch vorheriges Abrauchen entfernen)</p>
K ⁺ als KClO ₄	<ul style="list-style-type: none">- 1 Tr. KCl-Lsg. mit 1 Tr. HClO₄ auf einem Objektträger vereinigen- Beobachtung von rhombischen, stark lichtbrechenden KClO₄-Kristallen unter dem Mikroskop- um größere Kristalle zu erhalten, Objektträger vorsichtig mit Sparflamme erwärmen (nicht zu viel verdampfen lassen) und dann wieder abkühlen
Mg ²⁺ als Titangelbfarblack	<ul style="list-style-type: none">- 1 Tr. der sauren Ausgangslsg. auf Tüpfelplatte mit 1 Tr. Titangelb versetzen und tropfenweise 0,2 M NaOH bis zur starken alkalischen Reaktion zugeben- eine Rotfärbung (bzw. roter Nd.) zeigt Mg²⁺ <p>Störung: Ammoniumionen stören, da sie die Bildung von Mg(OH)₂ verhindern Ca²⁺ erhöht die Farbintensität Schwermetalle (Ni, Co, Mn, Zn) vorher abtrennen</p>
Mg ²⁺ als Chinalizarin-Farblack	<ul style="list-style-type: none">- auf der Tüpfelplatte werden 3 Tr. der sauren Lsg. mit 2Tr. Chinalizerinlsg. versetzen- nun tropfenweise NaOH bis zur starken alkalischen Reaktion zugeben- Blaufärbung (bzw. blauer Nd.) zeigen Mg²⁺ <p>Störung: PO₄³⁻, NH₄⁺ verringern die Empfindlichkeit des Nachweises Be²⁺, Ce⁴⁺, La³⁺, Zr⁴⁺, Mn²⁺ → ähnlich gefärbte Lacke</p>
Mg ²⁺ als MgNH ₄ PO ₄	<ul style="list-style-type: none">- auf dem Objektträger zu einem Tr. MgCl₂-Lsg. (versetzt mit NH₄Cl und NH₃(verd.)) einen Tr. NaNH₄HPO₄-Lsg. geben- es entstehen MgNH₄PO₄-Kristalle (einfache, prismatische Formen (gekreuzt u. scherenartig verwachsen), auch sechsstrahlige Sternchen) <p>Störung: Ca²⁺, Sr²⁺, Ba²⁺ u. Schwermetallionen geben auch Fällungen mit PO₄³⁻</p>

Entsorgung bzw. Weiterverwendung der Edukte und Produkte

K₂Na[Co(NO₂)₆]-Reste und reste von farblackreaktionen getrennt in die Sammelbehälter geben.