

Ammoniumhexacyanoferrat(III) / Hexacyano-eisen(III)-säure

Geräte:

Erlenmeyerkolben, Becherglas, Scheidetrichter, Pipetten, Trichter und Faltenfilter

Chemikalien:

Kaliumhexacyanoferrat(III)

Salzsäure 37 % (C, Xi)



Diethylether (F, Xi)



Ammoniaklösung 25 % (C, N, Xi)



Ethanol 100 % (F, Xi)



Ammoniumhexacyanoferrat(III)

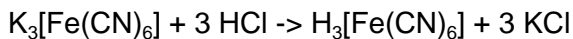
Durchführung:

Zu 40 ml einer kaltgesättigten Lösung von Kaliumhexacyanoferrat(III) wird langsam unter Rühren das gleiche Volumen 37 %ige Salzsäure gegeben, wobei sich die Lösung eintrübt. Nach der Zugabe wird die Mischung für mindestens 30 min in ein Eisbad (Eis und Wasser; Luft kühlt nicht) gestellt, damit noch mehr Kaliumchlorid ausfällt. Danach wird die Mischung in den Scheidetrichter filtriert und das klare, gelblich-braun gefärbte Filtrat mit 70 ml Diethylether überschichtet. Nach mehrmaligem Umschütteln (Entlüften des Scheidetrichters nicht vergessen!) bilden sich drei Phasen - eine gelbliche wässrige Phase, gefolgt von einer dunkel-braunen, öligen und darüber einer Etherphase. Die wässrige Phase wird abgelassen und verworfen. Danach kann die ölige Phase in einem Becherglas gesammelt werden. Dabei zeigt sich, dass diese sehr schnell erstarrt, sobald Diethylether daraus verdampft. Um Ammoniumhexacyanoferrat(III) zu erhalten, wurde zu diesem Feststoff solange konz. Ammoniaklösung gegeben, bis ca. 30 ml gelbliche Lösung entstanden waren (pH-Wert ca. 8-9; Ammoniakgeruch wahrnehmbar). Der überschüssige Ammoniak wurde durch leichtes Erwärmen (30 bis 40 °C) vertrieben und das Ammoniumhexacyanoferrat(III) durch Zugabe von 100 % Ethanol gefällt.

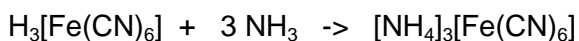
Entsorgung:

Die wässrige Phase kann, sofern frei von Ether über die Kanalisation entsorgt werden, die Etherphase gehört in den halogenfreien Lösungsmittel-Abfall.

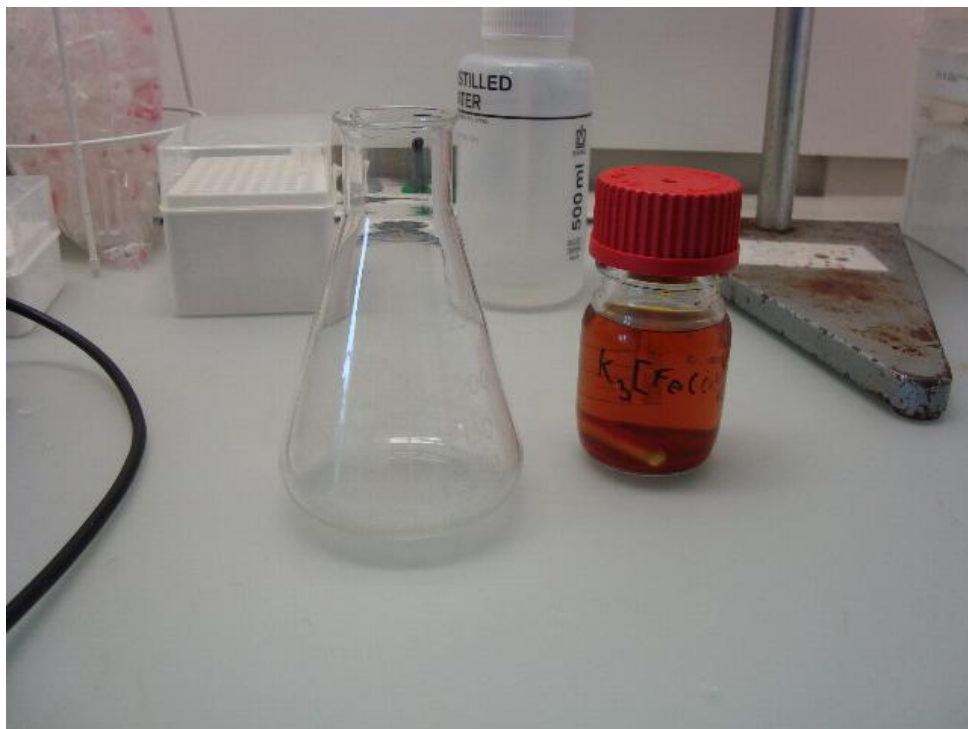
Erklärung:



Die Salzsäure setzt die Hexacyano-eisen(III)-säure frei (Prinzip: Stärkere Säure verdrängt die schwächere Säure). Durch das Abkühlen fällt das Kaliumchlorid aus. Bei der Zugabe des Ethers bildet sich eine Additionsverbindung zwischen der Säure und dem Ether, wodurch diese abgetrennt werden kann und mit Ammoniaklösung in das Ammoniumsalz überführt wird.



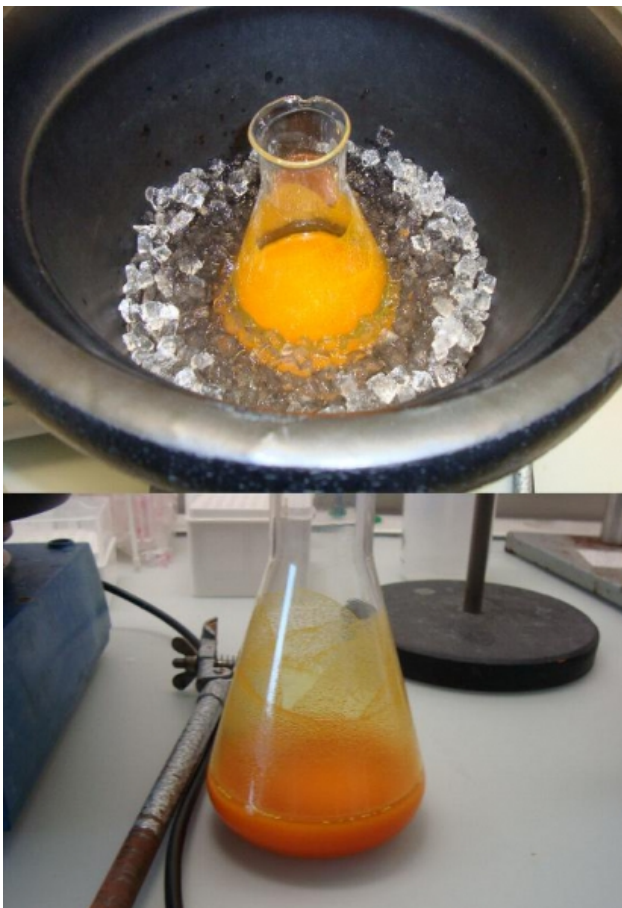
Bilder:



Die kaltgesättigte Kaliumhexacyanoferrat(III)-Lösung



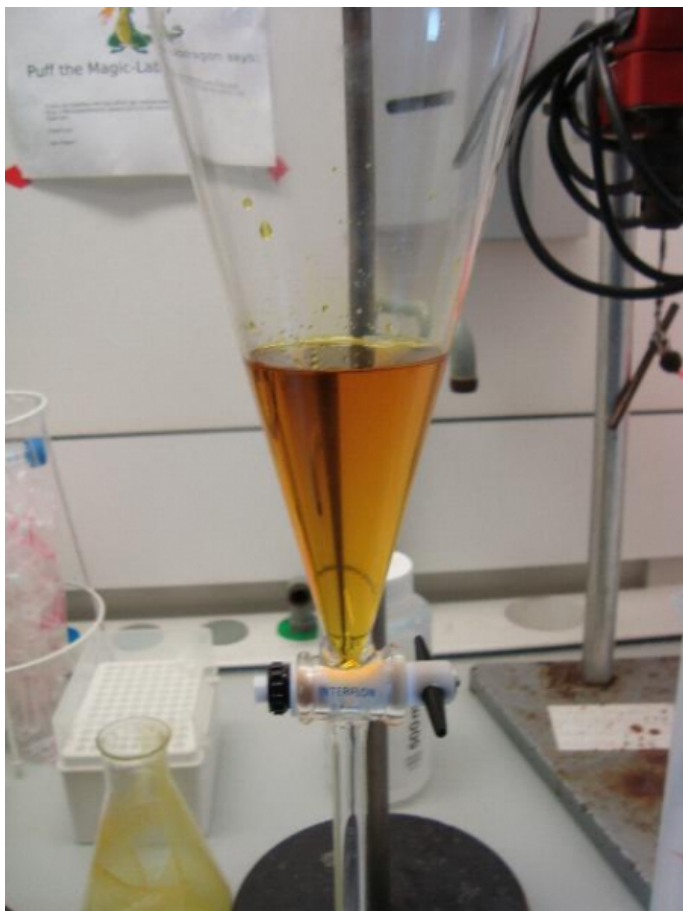
Nach der Zugabe der Salzsäure



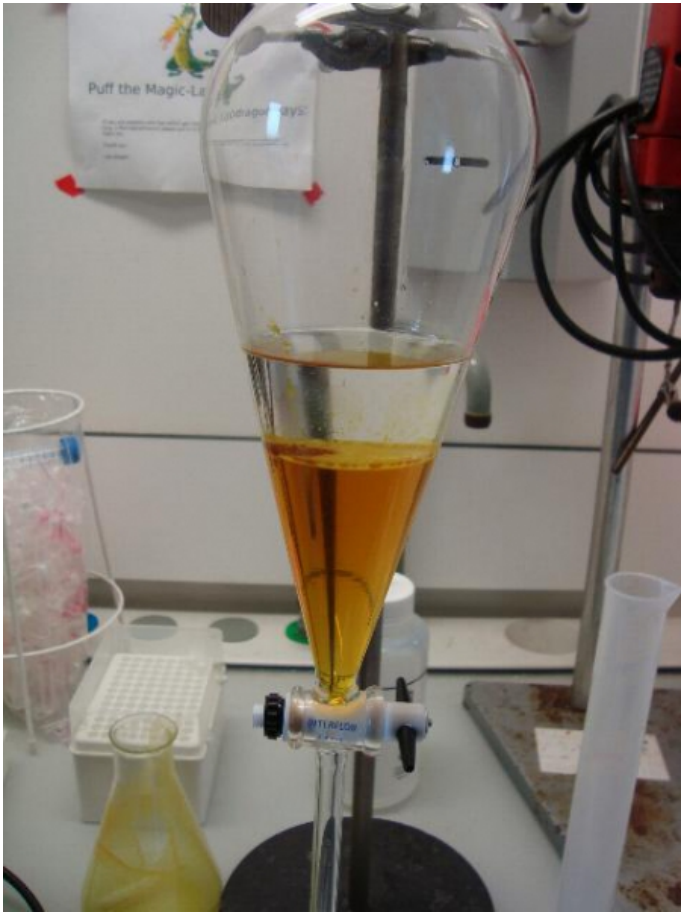
Im Eisbad und nach dem Eisbad



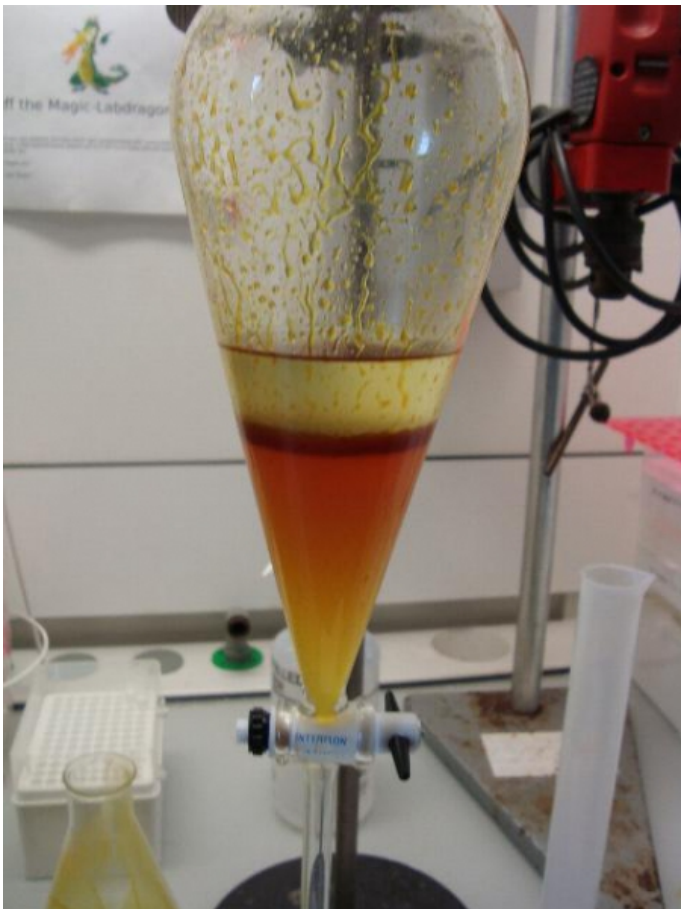
Filtration 1



Nach der Filtration



Zugabe des Ethers



Nach dem Umschütteln; Ausbildung der drei Phasen



Die erstarrende freie Säure



Mit Ethanol ausgefälltes Ammoniumhexacyanoferrat(III)



Filtrieren und anschließendes Trocknen des Ammoniumhexacyanoferrats(III)

Literatur:

Handbuch der Präparativen Anorganischen Chemie. G. Brauer bzw. W.M. Cummings, D.G. Brown, *J. Soc. Chem. Ind.* 44, 110T (1925)
<http://onlinelibrary.wiley.com/doi/10.1002/jctb.5000441008/abstract>