



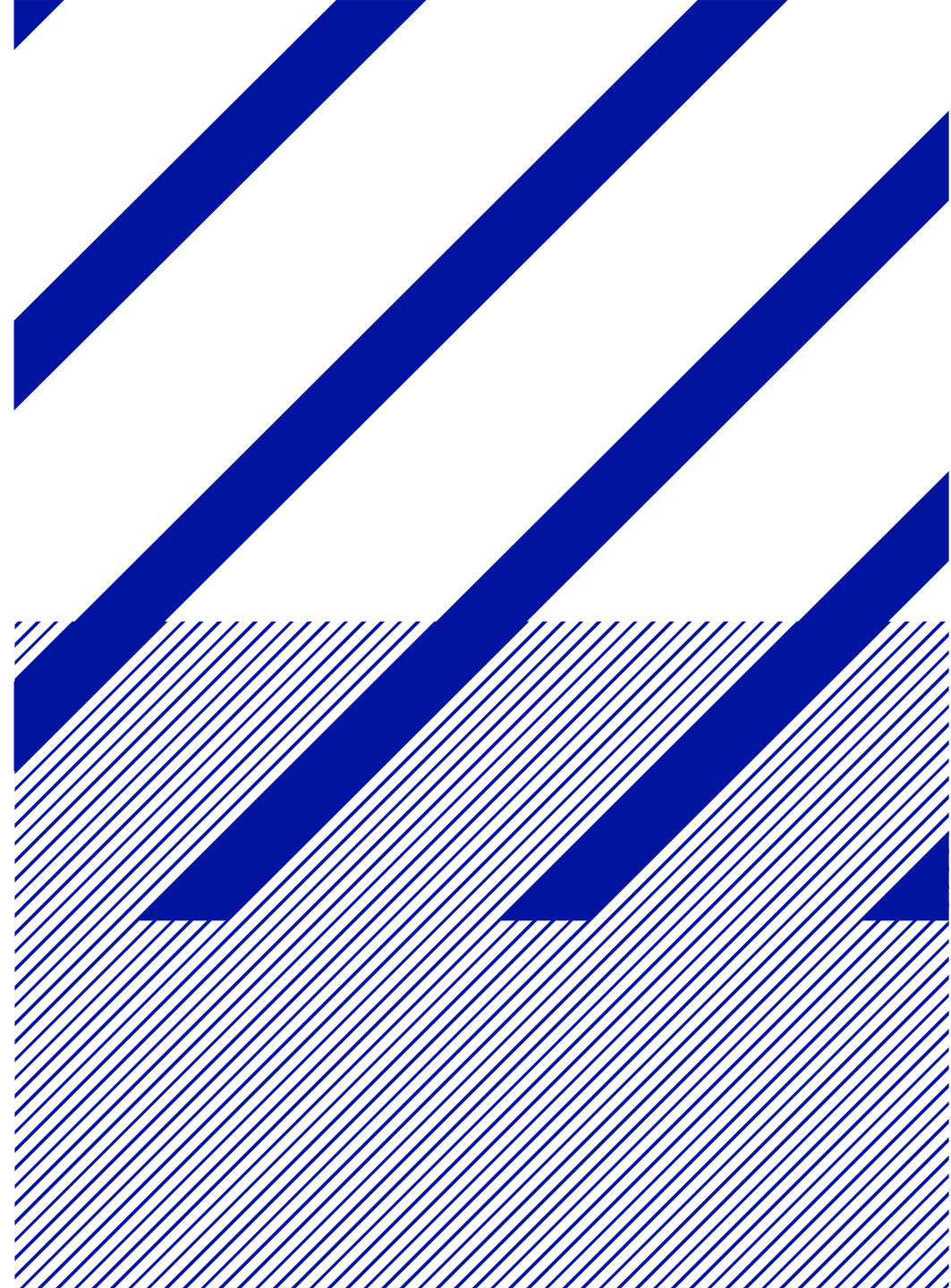
**FH MÜNSTER**  
University of Applied Sciences

**CIW** Fachbereich Chemieingenieurwesen  
Department of Chemical Engineering

# **Seminar zur Vorbereitung auf das Praktikum „Qualitative Analyse“**

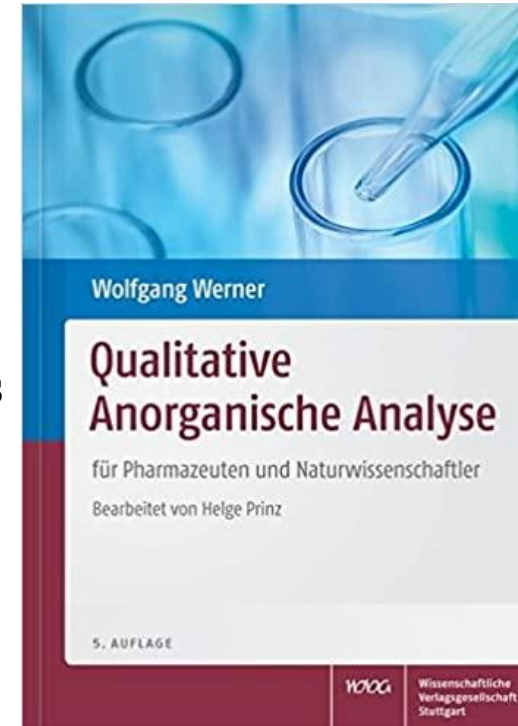
**Tim Pier & Elke Ungruhe, Dr. Jan Niklas Keil**  
FH Münster, FB CIW

**Steinfurt, Wintersemester 23/24**



- **Literaturhinweise**
- **Sicherheit im chemischen Labor**
- **Allgemeine Vorbemerkungen zum Praktikum**
- **Ablauf des Praktikums**
- **Der Kationentrennungsgang**
- **Vorproben**
- **Die HCl-Gruppe**
- **Die H<sub>2</sub>S-Gruppe**
- **Die Urotropin-/ Ammoniumsulfidgruppe**
- **Die Ammoniumcarbonatgruppe**
- **Die lösliche Gruppe**
- **Die Anionenanalyse**

- **Jander/Blasius, „Anorganische Chemie 1, Einführung & Qualitative Analyse“  
Hirzel Verlag**
- **Wolfgang Werner, „Qualitative Anorganische Analyse“  
Wissenschaftliche Verlagsgesellschaft**
  - Pro Bank sollte nach Möglichkeit ein Exemplar vorhanden sein.
- **Hinweise zu den verwendeten Abbildungen: Soweit nicht anders gekennzeichnet, wurden die Abbildungen selbst erstellt oder aus dem Skript „Analytische Chemie“ von Prof. Dr. Thomas Jüstel übernommen.**
- **Fotos: Elke Ungruhe, Dr. Jan-Niklas Keil**



## Gefahren in einem chemischen Labor:



Explosive Stoffe/  
Gemische



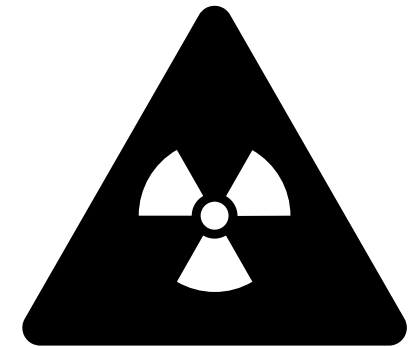
Giftige Substanzen



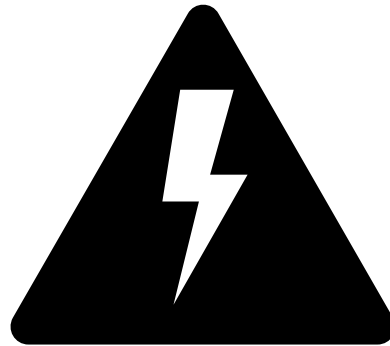
CMR Stoffe



Feuer



Strahlung



Hochspannung



Kältemittel



Alltag

## Sicherheitsdatenblatt

gemäß Verordnung (EG) Nr. 1907/2006 (REACH), geändert mit 2015/830/EU



Calciumcarbonat  $\geq 98,5\%$ , Ph.Eur., USP, BP, gefällt

Artikelnummer: P013  
Version: 1.1 de  
Ersetzt Fassung vom: 15.06.2015  
Version: (1.0)

Datum der Erstellung: 15.06.2015  
Überarbeitet am: 28.10.2015

### ABSCHNITT 1: Bezeichnung des Stoffs beziehungsweise des Gemischs und des Unternehmens

#### 1.1 Produktidentifikator

Bezeichnung des Stoffs	Calciumcarbonat
Artikelnummer	P013
Registrierungsnummer (REACH)	01-2119486795-18-xxxx
EG-Nummer	207-439-9
CAS-Nummer	471-34-1

#### 1.2 Relevante identifizierte Verwendungen des Stoffs oder Gemischs und Verwendungen, von denen abgeraten wird

Identifizierte Verwendungen: Laborchemikalie

#### 1.3 Einzelheiten zum Lieferanten, der das Sicherheitsdatenblatt bereitstellt



**FH MÜNSTER**  
University of Applied Sciences

## Laborordnung

Stand: 2018

**Geltungsbereich:** Labor für anorganische und analytische Chemie und Labor für angewandte Materialwissenschaften

**Verantwortliche Hochschullehrer:** Prof. Dr. T. Jüstel und Prof. Dr. U. Kynast

**Anschrift:** Stegerwaldstraße 39, 48485 Steinfurt

**Telefon Laboringenieur:** 02551/962252

Die Laborordnung sollte allen Studenten und Beschäftigten bekannt sein und leicht zugänglich aufbewahrt werden. Alle Vorgaben sind strikt zu beachten und einzuhalten. Darüber hinaus sind insbesondere folgende Schriften für das Arbeiten im Labor verbindlich und zu beachten:

- Richtlinien für Laboratorien
- Listen mit Gefahrensymbolen; Gefahrenbezeichnungen;
- Einzelbetriebsanweisungen
- Stoffgruppenbetriebsanweisungen

 **FH MÜNSTER**  
University of Applied Sciences

Stand: 01.2018

## Betriebsanweisung

Arbeitsbereich: Laborbereich (Raum C254)  
Bearbeiter: Chemisch ausgebildetes Fachpersonal sowie unterwiesene Personen  
Verantwortliche Personen: Dipl.-Ing. H. Kätker

### Anwendungsbereich

Arbeiten mit UV-Strahlung und UV-emittierenden Geräten

### Gefahren für Mensch und Umwelt

- UV-Strahlung reizt und schädigt die Augen (Gefahr des Erblindens) und kann Hautreizungen hervorrufen
- Hochleistungs-UV-Strahler erzeugen beim Betrieb in Sauerstoff/Ozon

### Schutzmaßnahmen und Verhaltensregeln

- UV-Strahler dürfen nur mit dem dazugehörigen Vorschaltgerät (Transformator) betrieben werden.
- UV-Strahler, besonders Hochleistungslampen, werden sehr warm und müssen daher effektiv gekühlt werden.
- Beim Betrieb von UV-Strahlern muss eine Schutzbrille mit UV-Filter getragen werden. Diese muss auf Wellenlänge und Intensität der UV-Strahlung abgestimmt sein.
- Bestrahlungsvorrichtungen und Versuchsaufbauten mit UV-Strahlern müssen ummantelt werden. Diese Ummantelung muss hitzebeständig, nicht brennbar und intransparent für die genutzte Strahlung sein (bspw. Aluminiumfolie).
- Das Betreiben von ozonerzeugenden UV-Strahlungsquellen ist ausschließlich unter einem Abzug gestattet. (Sicherheitsvorkehrungen für das Arbeiten mit Ozon beachten)
  - Hautschutzcreme verwenden.

### Verhalten bei Störungen

- Laborpersonal benachrichtigen

### Verhalten bei Unfällen: Erste Hilfe

- Bei Verblitzen der Augen: Augen durch breite Binde ruhigstellen.
  - Verletzten in die Augenklinik bringen.

Ersthelfer in der Abteilung:  
E. Ungruhe, Dipl.-Ing. H. Kätker Dipl.-Ing.,  
H. Lersch-Krotoszinski

Notruf: 112

### Instandhaltung und Entsorgung

- Sichtprüfung vor jeder Benutzung
- Elektrische Prüfung jährlich durch elektronisch unterwiesene Person
- Defekte Quecksilberlampen sind als quecksilberhaltiger Sondermüll zu entsorgen

## Fachhochschule Münster Labor für Anorganische und Analytische Chemie

Hiermit erkläre ich, dass ich

1. auf die im Labor auftretenden Gefahren, sowie die erforderlichen Schutzmaßnahmen und Verhaltensregeln hingewiesen wurde (siehe Anhang). Grundlage dieser Unterweisung war die Laborordnung, die mir zuvor zugänglich gemacht wurde und die ich gelesen und verstanden habe.
2. keine eigenmächtigen Veränderungen an bestehenden Versuchsständen, bzw. Reparaturarbeiten an Geräten durchführen werde. Versuche dürfen nur nach Absprache und Einweisung durch die Weisungsbefugten ausgeführt werden; dies sind:  

<b>Prof. Dr. Ulrich Kynast</b>	<b>Dr. David Enseling</b>
<b>Prof. Dr. Thomas Jüstel</b>	<b>Elke Ungruhe</b>
<b>Dipl.-Ing. Heike Kätker</b>	<b>Heike Jenneboer</b>
<b>Dipl.-Ing. Uwe Eckert</b>	
3. Arbeiten in dem Labor nur dann durchführen werde, wenn sich außer mir noch eine zweite Person im Raum befindet.
4. Arbeiten mit Druckgasflaschen nur dann ausführen werde, wenn ich vorher eine Einweisung über den Umgang mit Druckgasflaschen erhalten habe.
5. darauf hingewiesen wurde, dass werdende und stillende Mütter nicht in Laboratorien arbeiten dürfen. Da nicht ausgeschlossen werden kann, dass irgendjemand im Laborbereich für Anorganische Chemie zumindest mit mindergiftigen Arbeitsstoffen arbeitet, bedeutet dies, dass ab Beginn der Schwangerschaft dieser Laborbereich nicht mehr betreten werden darf.
6. beim Umgang mit Chemikalien vorher die Gefährlichkeit der einzusetzenden Stoffe, sowie die auftretenden Reaktionen überprüfe und alle erforderlichen Vorsichtsmaßnahmen beachte.
7. die Versuchsvorschriften, Betriebsanweisungen und den Anhang (siehe hinten) beachten werde.
8. ich zur Kenntnis genommen habe, dass die Einhaltung dieser Vorschrift in meiner Verantwortung liegt und ich für Zuwiderhandlungen zur Rechenschaft gezogen werden kann.

Name, Vorname

Datum

Unterschrift



# SOS

**Sauberkeit**

**Laborgeräte, Abzüge und Laborbänke werden ordentlich gereinigt und nur sauber hinterlassen!**

**Ordnung**

**Abzüge, Waschbecken und Laborbänke werden nur aufgeräumt hinterlassen.**

**Sicherheit**

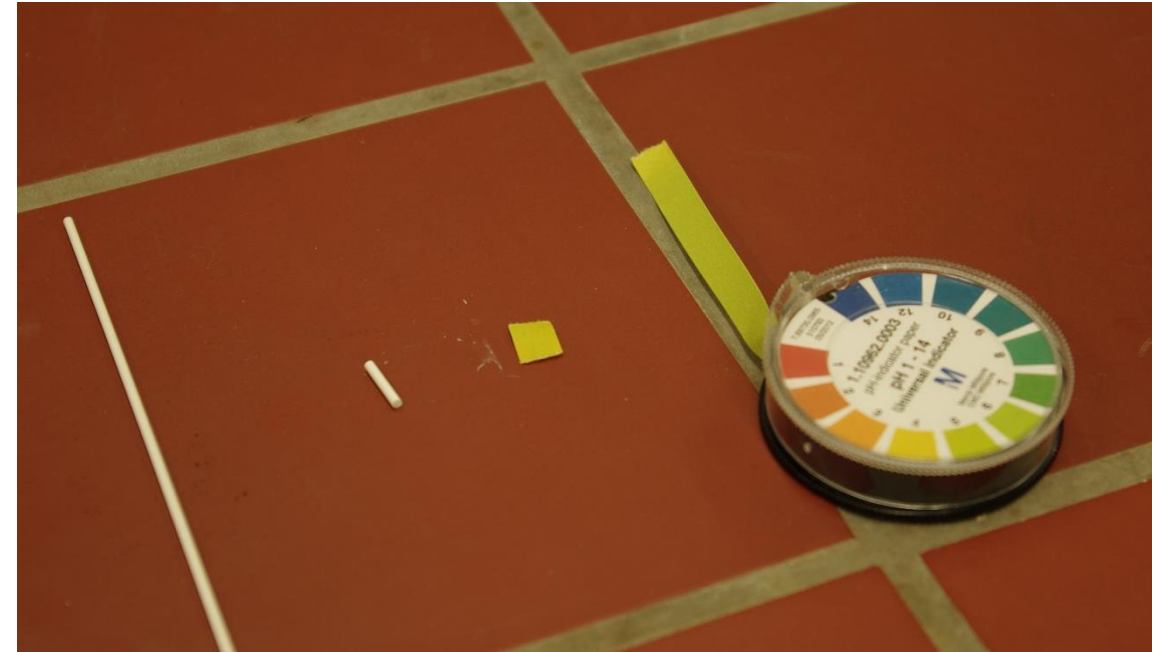
**Erst denken dann handeln!**  
**Unüberlegtes Handeln im Labor gefährdet nicht nur mich selbst!**

# Allgemeine Vorbemerkungen zum Praktikum





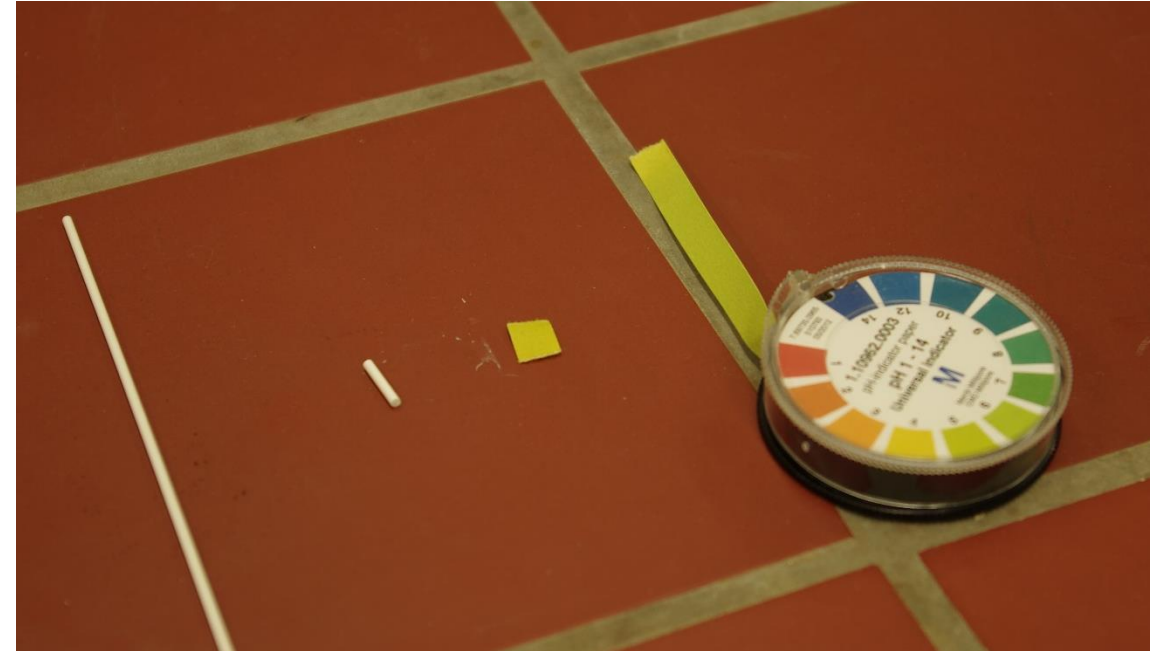
- **Ressourcensparendes Arbeiten gehört zum guten Ton.**
  - **Chemikalien: So viel wie nötig und so wenig wie möglich.**
  - **pH-Papier und Magnesiastäbchen sind Verbrauchsmaterial aber nicht kostenlos!**
  - **Glasgeräte müssen pfleglich behandelt werden!**
  - **Im Labor ist es warm genug. Bunsenbrenner müssen nicht unnötig laufen.**



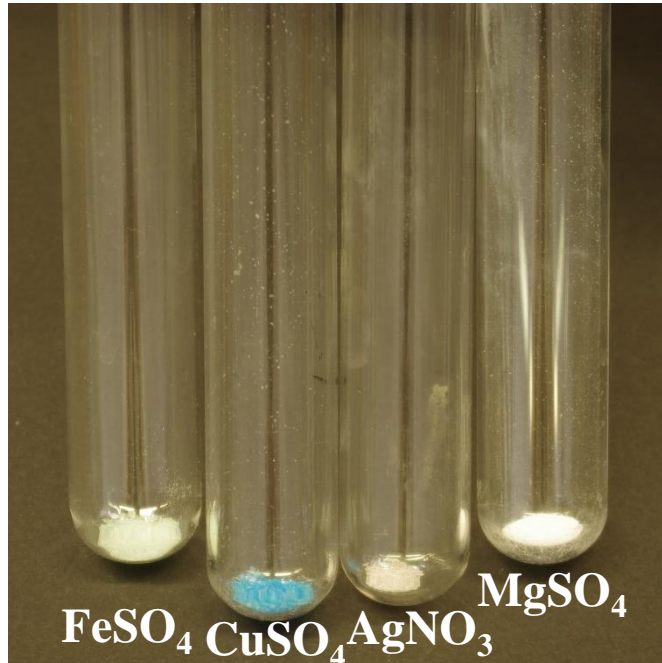


- Zentrifugen werden **ausschließlich** mit einem Gegengewicht genutzt
- Zentrifugengläser müssen vorher auf Risse etc. untersucht werden.
- Sollte die Zentrifuge „ungewöhnliche“ Geräusche machen → **AUSSCHALTEN!**

- **pH-Papier wird nicht in die Lösung gehalten!!!**
- **Zur Prüfung des pH-Wertes, wird ein Glasstab in die Lösung gehalten, und damit ein Tropfen auf das pH-Papier überführt.**



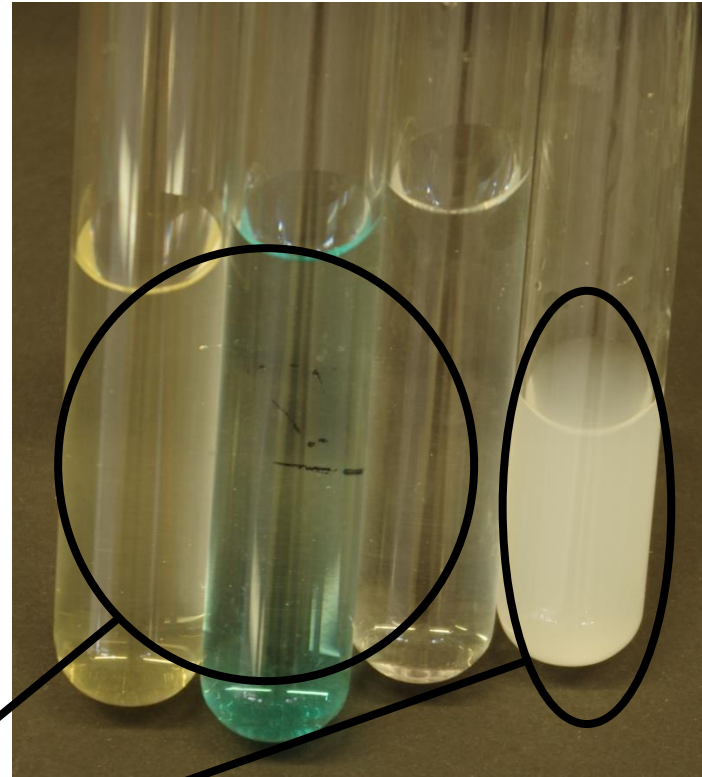
## Feststoffe



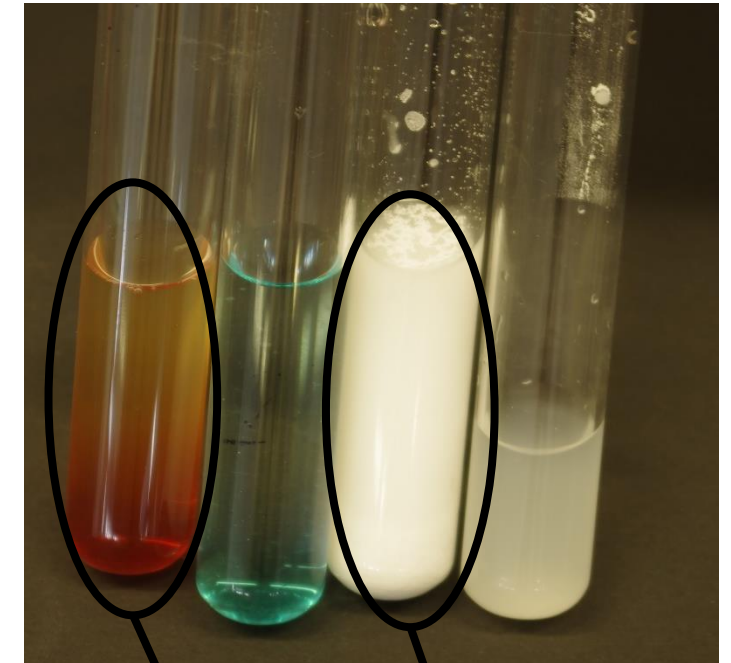
**Lösungen** keine Partikel/Trübung vorhanden, kann aber gefärbt sein

Ungelöste Probe → **kein Niederschlag**

## Feststoffe + Wasser



## Probe + Nachweisreagenz



+  $\text{SCN}^-$   
→ **gefärbte Lösung**

+  $\text{Cl}^-$  → weißer **Niederschlag**

# Ablauf des Praktikums

Praktikum Qualitative Analyse

Stand 2023



CIW FB Chemieingenieurwesen  
Department of Chemical Engineering

Fachbereich Chemieingenieurwesen  
Labor für Anorganische Chemie  
und Angewandte Materialwissenschaft

## Allgemeine und Analytische Chemie

### "Qualitative Analyse"

#### Praktikumszeiten:

Montags bis mittwochs 14:00 bis 18:00

Donnerstag s bis freitags 8:00 bis 12:00

#### Analysenübersicht:

- |   |   |
|---|---|
| 1. Lösliche Gruppe<br>mit Ammoniumcarbonatgruppe    | $\left\{ \begin{array}{l} \text{Mg}^{2+}, \text{Li}^+, \text{Na}^+, \text{K}^+, \text{NH}_4^+ \\ \text{Ca}^{2+}, \text{Sr}^{2+}, \text{Ba}^{2+} \end{array} \right.$  |
| 3. Ammoniumsulfidgruppe                             | $\text{Ni}^{2+}, \text{Co}^{2+}, \text{Zn}^{2+}, \text{Mn}^{2+}, \text{Fe}^{2+/3+}, \text{Cr}^{3+}, \text{Al}^{3+}, \text{Ti}^{4+},$  |
| 4. Schwefelwasserstoffgruppe<br>mit Salzsäuregruppe | $\text{Hg}^{2+}, \text{Pb}^{2+}, \text{Bi}^{3+}, \text{Cu}^{2+}, \text{As}^{3+/5+}, \text{Sb}^{3+/5+}, \text{Sn}^{2+/4+}, \text{Cd}^{2+}$<br>$\text{Hg}_2^{2+}, \text{Ag}^+, \text{Pb}^{2+}$  |
| 5. Vollanalyse                                      | Alle Kationen 1 – 4 sowie $\text{NO}_3^-$ , $\text{SO}_4^{2-}$ , $\text{Cl}^-$ , $\text{CO}_3^{2-}$   |
| 6. Anionen  | $\left\{ \begin{array}{l} \text{F}^-, \text{Cl}^-, \text{Br}^-, \text{I}^-, \text{PO}_4^{3-}, \text{SCN}^-, \text{SO}_3^{2-}, \text{BO}_3^{3-}, \text{CO}_3^{2-} \\ \text{NO}_2^-, \text{S}_2\text{O}_3^{2-}, \text{SiO}_2, \text{NO}_3^-, \text{SO}_4^{2-}, \text{IO}_3^- \end{array} \right.$ |

#### Ergebnisaufstellung:

1. Lösliche und Ammoniumcarbonat–Gruppe
  - a. Kationen
    - i. Lösliche Gruppe
    - ii.  $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$
  - b. Anionen
3. Ammoniumsulfid –Gruppe
  - a. Kationen
    - i.  $\text{NH}_3$
    - ii.  $(\text{NH}_4)_2\text{S}$
  - b. Anionen
4. Schwefelwasserstoff- mit Salzsäure –Gruppe
  - a. Kationen
    - i.  $\text{HCl}$
    - ii.  $\text{H}_2\text{S}$
  - b. Anionen
5. Vollanalyse
  - a. Kationen
    - i.  $\text{HCl}$
    - ii.  $\text{H}_2\text{S}$
    - iii.  $(\text{NH}_4)_2\text{S}$
    - iv.  $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$
    - v. Lösliche Gruppe
  - b. Anionen
6. Anionen
  - a. Anionen

1. Lösliche Gruppe  
Ammoniumcarbonatgruppe }  $\left. \begin{array}{l} \text{Mg}^{2+}, \text{Li}^+, \text{Na}^+, \text{K}^+, \text{NH}_4^+ \\ \text{Ca}^{2+}, \text{Sr}^{2+}, \text{Ba}^{2+} \end{array} \right\}$
3. Ammoniumsulfidgruppe  $\text{Ni}^{2+}, \text{Co}^{2+}, \text{Zn}^{2+}, \text{Mn}^{2+}, \text{Fe}^{2+/3+}, \text{Cr}^{3+}, \text{Al}^{3+}, \text{Ti}^{4+},$
4. Schwefelwasserstoffgruppe  $\text{Hg}^{2+}, \text{Pb}^{2+}, \text{Bi}^{3+}, \text{Cu}^{2+}, \text{As}^{3+/5+}, \text{Sb}^{3+/5+}, \text{Sn}^{2+/4+}, \text{Cd}^{2+}$   
mit Salzsäuregruppe  $\text{Hg}_2^{2+}, \text{Ag}^+, \text{Pb}^{2+}$
5. Vollanalyse Alle Kationen 1 – 4 sowie  $\text{NO}_3^-$ ,  $\text{SO}_4^{2-}$ ,  $\text{Cl}^-$ ,  $\text{CO}_3^{2-}$
6. Anionen  $\text{F}^-$ ,  $\text{Cl}^-$ ,  $\text{Br}^-$ ,  $\text{I}^-$ ,  $\text{PO}_4^{3-}$ ,  $\text{SCN}^-$ ,  $\text{SO}_3^{2-}$ ,  $\text{BO}_3^{3-}$ ,  $\text{CO}_3^{2-}$   
 $\text{NO}_2^-$ ,  $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$ ,  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{NO}_3^-$ ,  $\text{SO}_4^{2-}$ ,  $\text{IO}_3^-$

- Die ausgegebenen Proben können die Kationen der jeweiligen Gruppe enthalten
- Die ausgegebenen Proben können Nitrat, Sulfat, Chlorid und Carbonat als Anionen enthalten
- Die ausgegebenen Anionenproben können jeweils alle Anionen enthalten

## Anzusetzende Lösungen (falls nicht vorhanden)

1. 1:1 LiOH/KNO<sub>3</sub>      1:1 10 %/3 % (250 ml herstellen)
2. (NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>      2,5 g/250 ml (250 ml herstellen)
3. Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>      20 % (250 ml herstellen)
4. Na-Tartrat      25 g Na-Tartrat·2 H<sub>2</sub>O lösen in 240 ml dest. H<sub>2</sub>O + 10 ml konz. HAc.
5. SnCl<sub>2</sub>      2,5 g SnCl<sub>2</sub>·2 H<sub>2</sub>O + 3 ml konz. HCl lösen in 100 ml dest. H<sub>2</sub>O
6. Natriumstannat      1,2 g SnCl<sub>2</sub>·2 H<sub>2</sub>O + 2,5 g konz HCl lösen in 45 ml dest. H<sub>2</sub>O + 50 ml 25% NaOH
7. Stärkelösung      1 g lösliche Stärke in 200 ml dest. H<sub>2</sub>O lösen, ca. 10 min kochen

## Verdünnungen der Säuren und Basen

### 1. Essigsäure (HAc)

Konzentriert: 18 mol/l

Verdünnt: ca. 2 mol/l (28 ml/250 ml)

### 2. Salzsäure (HCl)

Konzentriert: 10 mol/l

Verdünnt: ca. 2 mol/l (45 ml/250 ml)

### 3. Salpetersäure (HNO<sub>3</sub>)

Konzentriert: 11 mol/l

Verdünnt: ca. 2 mol/l (46 ml/250 ml)

### 4. Schwefelsäure (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>)

Konzentriert: 18 mol/l

Verdünnt: ca. 2 mol/l (28 ml/250 ml)

### 5. Ammoniakwasser (NH<sub>3</sub>(l))

Konzentriert: 13 mol/l

Verdünnt: ca. 2 mol/l (38 ml/250 ml)

## Bereitgestellte Reagenzien

- Kaliumdichromatlösung
- Wasserstoffperoxidlösung
- Ammoniummolybdatlösung
- Ammoniumthiocyanatlösung
- Phenolphthaleinlösung
- Kobaltnitratlösung
- Dimethylglyoximlösung (DMG)
- Silbernitratlösung
- Ammoniumsulfatlösung
- Ammoniumoxalatlösung

## Bereitgestellte Reagenzien

- Ammoniumdihydrogenphosphatlösung
- Perchlorsäure
- Bariumchloridlösung
- Kaliumjodidlösung
- Mangansulfatlösung
- Kaliumpermanganatlösung
- Kaliumchromatlösung
- Lunges Reagenz A
- Lunges Reagenz B
- Morinlösung
- Titangelb



## *Musterprotokoll*

	Datum:.....
<b><u>Vorversuche:</u></b>	<b>Name</b>
<i>Einzelnachweise aller Kationen der jeweiligen Analysengruppe</i>	
<b>Analyse der .....Gruppe mit Analysennummer</b>	
<b><u>I. a) Vorproben</u></b>	
<i>Beschreibung der Analysesubstanz (z.B. Löslichkeit, Aussehen, pH... )</i>	
<i>Leuchtprobe, Boraxperle, ....</i>	
<i>Flammenfärbung.....</i>	
<b>b) Anionennachweise</b>	
<i>Nachweis der Anionen aus dem Sodauszug</i>	
.....	
<b><u>II. Durchführung Trennungsgang</u></b>	
<i>Beschreibung der durchgeführten Trennung</i>	
<i>(evtl. Aufschluß)</i>	
<i>Einzelnachweise der Kationen</i>	
.....	
.....	
<b><u>III. Ergebnis :</u></b>	
<b><u>gefundene Kationen:</u>.....</b>	
<b><u>gefundene Anionen :</u>.....</b>	
<b>mögliche Zusammensetzung:</b> .....	

- Nasschemisches Verfahren zur Auftrennung und anschließendem Nachweis der Kationen einer Analysesubstanz.
- Entwickelt von Carl Remigius Fresenius und Frederick P. Treadwell
- „Der Trennungsgang der Kationen geht mit Ausnahme der Erdalkali- und Alkalimetall-Elemente nicht konform mit der Stellung der Elemente im PSE. Er richtet sich nach der Löslichkeit der Chloride, Sulfide, Hydroxide und Carbonate in saurem oder alkalischem Medium.“ (aus Jander / Blasius)
- Die Elemente werden dabei in folgende Gruppen geteilt: HCl-, H<sub>2</sub>S-, Ammoniumsulfid-Urotropin-, Ammoniumcarbonat- und lösliche Gruppe.



ZUMAFFEN.DE

Entschuldigen Sie die Störung

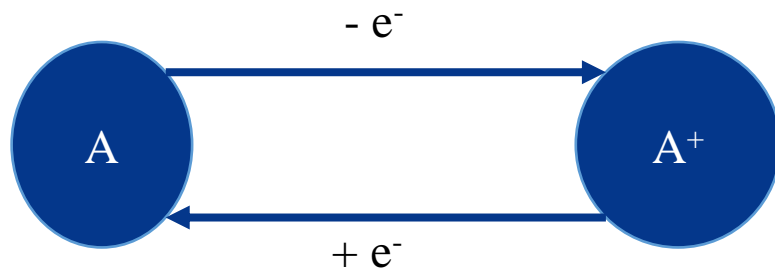
Kann mir Herr Nachbar, ein bisschen Salz leihen?

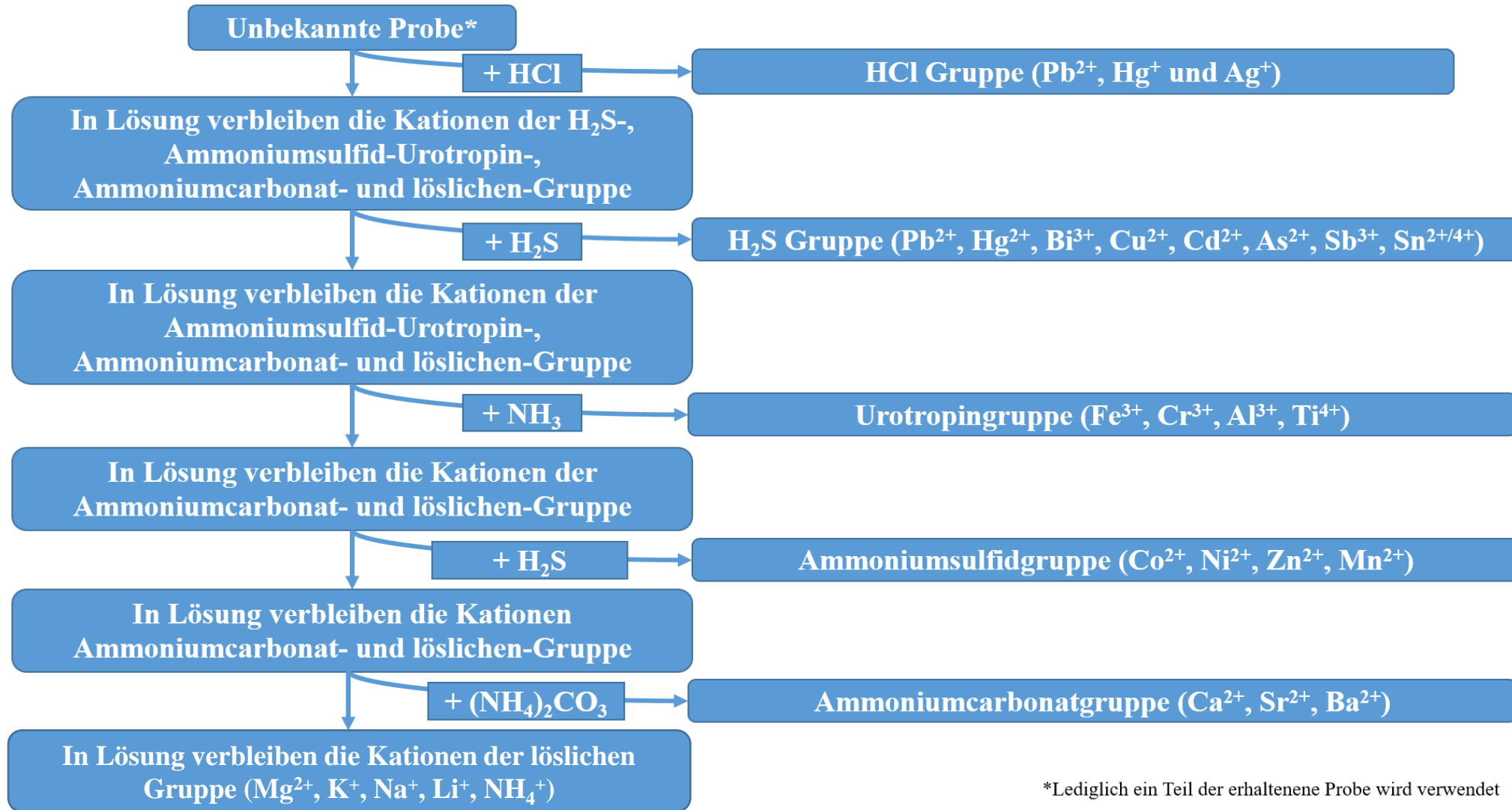
Quelle: <http://zumaffen.de/1074/Entschuldigen-Sie-die-St-rung>

- Viele Ionen stören sich bei ihren Nachweisen gegenseitig, daher gilt immer die entsprechenden Hinweise aus der Literatur beachten!
- Beispiel: Nickelnachweis als  $[\text{Ni}(\text{HDMG})_2]$  Störung durch  $\text{Fe}^{3+}$  oder  $\text{Co}^{2+}$  da beide rote Niederschläge mit  $\text{H}_2\text{DMG}$  bilden

## Was sind Kationen?

Kationen sind Teilchen, die positiv geladen sind, also weniger Elektronen als Protonen besitzen.





\*Lediglich ein Teil der erhaltenene Probe wird verwendet

Um die Analyse zu erleichtern, kann man auf eine Gruppe von Analysen zurückgreifen, welche als „Vorproben“ bezeichnet werden. Diese können Anhaltspunkte auf die Zusammensetzung der unbekannt Probe liefern, den Trennungsgang aber nicht ersetzen.

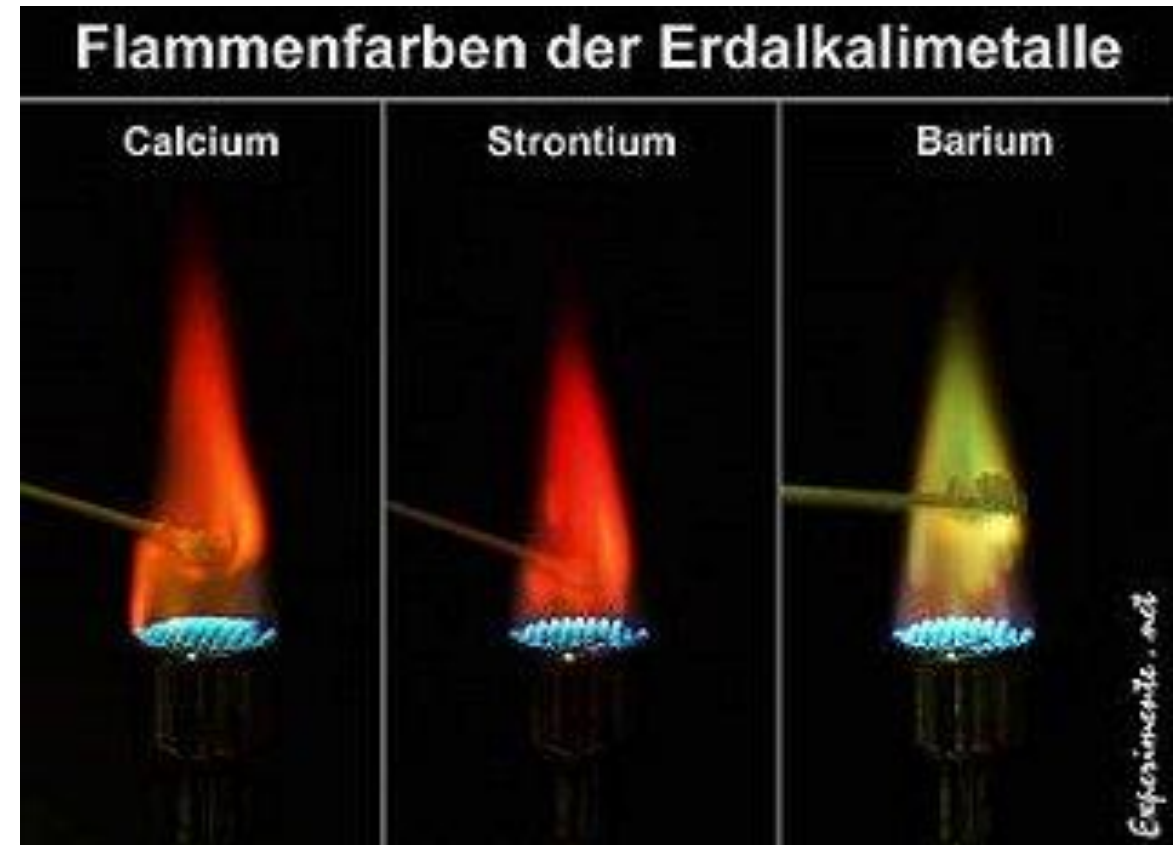
## 1. Aussehen der Probe

Farbe der Probe (oder wie man sich durchs Praktikum pfuscht...)

<b>Blau</b>	<b>CoCl<sub>2</sub>, Cu(II)-Salze</b>
<b>Braun</b>	<b>CoSO<sub>4</sub>, Ag<sub>2</sub>O, CdO, PbO<sub>2</sub>, Ag<sub>3</sub>AsO<sub>4</sub>, SnS, Fe(OH)<sub>3</sub>, MnO<sub>2</sub>, Bi<sub>2</sub>S<sub>3</sub>, V<sub>2</sub>S<sub>5</sub>, Mo(OH)<sub>3</sub>, PbCr<sub>2</sub>O<sub>7</sub>, Ag<sub>2</sub>CrO<sub>4</sub></b>
<b>Cremer</b>	<b>V<sub>2</sub>O<sub>5</sub></b>
<b>Gelb</b>	<b>As<sub>2</sub>S<sub>3</sub>, Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, FeSO<sub>4</sub>, K<sub>2</sub>CrO<sub>4</sub>, NiCl<sub>2</sub>, NiSO<sub>4</sub>, PbO, WO<sub>3</sub>, CdS, PbI<sub>2</sub>, AgI, PbCrO<sub>4</sub>, BaCrO<sub>4</sub>, HgO, Ag<sub>2</sub>HPO<sub>4</sub>, CdO</b>
<b>Grün</b>	<b>Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, FeSO<sub>4</sub>, Ni(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>, NiCO<sub>3</sub>, NiCl<sub>2</sub>, NiSO<sub>4</sub>, Cr(OH)<sub>3</sub></b>
<b>Orange</b>	<b>Sb<sub>2</sub>S<sub>3</sub>, HgO, HgI<sub>2</sub>, Hg<sub>2</sub>CrO<sub>4</sub></b>
<b>Rosa</b>	<b>MnCl<sub>2</sub>, MnCO<sub>3</sub>, MnSO<sub>4</sub>, CoCl<sub>2</sub></b>
<b>Rot</b>	<b>Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, HgI<sub>2</sub>, HgS, Cu<sub>2</sub>O, MnS, Co(OH)<sub>2</sub>, Fe-Thiocyanate, K<sub>2</sub>Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub></b>
<b>Schwarz</b>	<b>Co<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, CuO, HgS, Sb<sub>2</sub>S<sub>3</sub>, PbS, CuS, NiS, CoS, FeS, FeI<sub>2</sub>, Co(OH)<sub>3</sub>, Cu(SCN)<sub>2</sub>, Ag<sub>2</sub>S<sub>3</sub>, Mn(OH)<sub>3</sub>, MnO(OH)<sub>2</sub></b>
<b>Violett</b>	<b>CoCO<sub>3</sub>, KCr(SO<sub>4</sub>)<sub>2</sub>, KMnO<sub>4</sub></b>

Quelle: Skript „Analytische Chemie“ von Prof. Dr. Thomas Jüstel & Dr. Stephanie Möller

## 2. Flammenfärbung



Quelle: [http://www.vias.org/kas/de/colouring\\_of\\_flame.html](http://www.vias.org/kas/de/colouring_of_flame.html)

## 3. Boraxperle

Borax =  $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$  (Natriumborat)

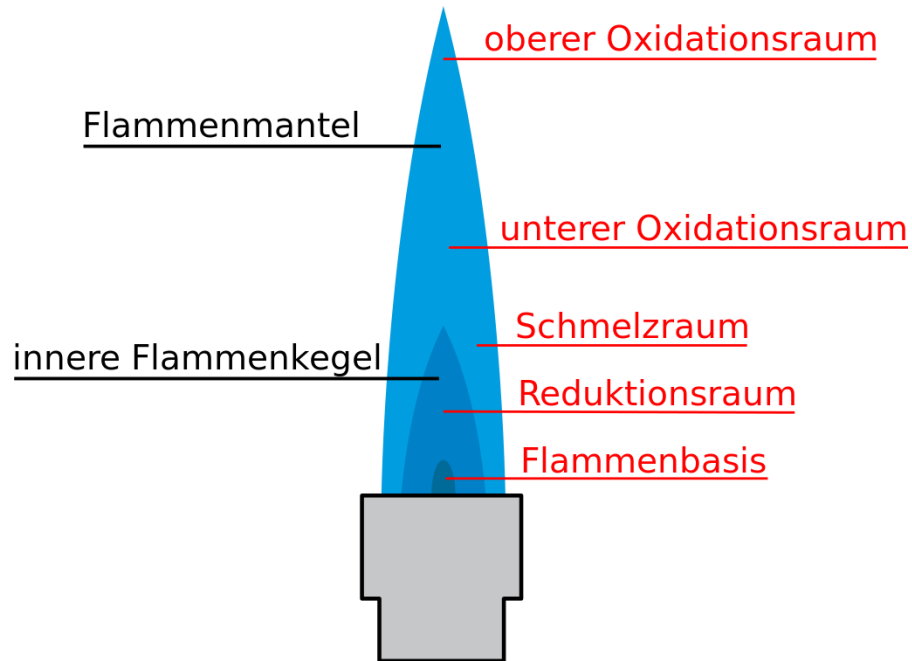
Vorgehen:

- Tüpfelplatte mit verd. HCl + Borax + Ursubstanz (US)
- Magnesiastäbchen (MgO) im Bunsenbrenner zum Glühen bringen.
- Magnesiastäbchen in HCl dann in Borax tauchen und in der heißesten Stelle der Brennerflamme unter Drehen zu einer klaren Kugel formen (ggf. muss das Stäbchen mehrfach in Borax getaucht werden).
- Die fertige Perle in HCl dann in US tauchen (wenig US aufnehmen)
- Stäbchen in die Oxidierende oder Reduzierende Flamme halten.
- Nur für  $\text{Co}^{2+}$  (blaue Perle) und  $\text{Cr}^{3+}$  (grüne Perle) zuverlässig!**





## 3. Boraxperle



Quelle: Teclubrenner.svg: Benedikt.Seidlderivative work: Matt (talk) - Teclubrenner.svg, CC BY-SA 3.0, <https://commons.wikimedia.org/w/index.php?curid=6768485>

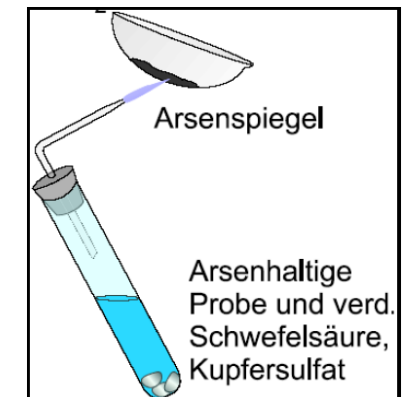
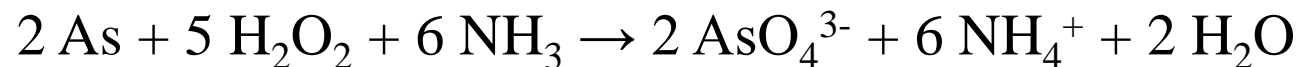
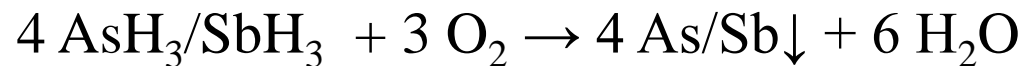
<u>Kation</u>	<u>Oxidationsflamme</u>	<u>Reduktionsflamme</u>
$\text{Fe}^{2+}$	farblos bis gelbrot	grün
$\text{Mn}^{2+}$	violett	farblos
$\text{Co}^{2+}$	blau	blau
$\text{Ni}^{2+}$	gelb bis braun	braun
$\text{Cr}^{3+}$	grün	smaragdgrün
$\text{Cu}^{2+}$	blau-grün	rotbraun

## 4. Marsh'sche Probe (**unter dem Abzug!**)

Nachweis für Arsen und Antimon

Vorgehen:

- Im Reagenzglas: US + halbkonz. HCl + CuSO<sub>4</sub>-Lsg. + Zinkgranalie
- Knallgasprobe!!**
- Verschließen und das austretende Gas entzünden
- Flamme auf eine kühle Keramikoberfläche halten
- Unterscheidung von As und Sb → As ist löslich in frischer ammoniakalischer H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>-Lsg.



## 5. Leuchtprobe

Nachweis für Zinn

Vorgehen:

- Im Becherglas: US + Zinkgranalie + konz. HCl
- Reagenzglas mit Eis oder eiskaltem Wasser füllen
- Reagenzglas in die Probelösung halten
- Das befeuchtete Reagenzglas in eine nicht leuchtende Brennerflamme halten
- Blaues Leuchten an der Glaswand = Zinn pos.



## 6. Titannachweis

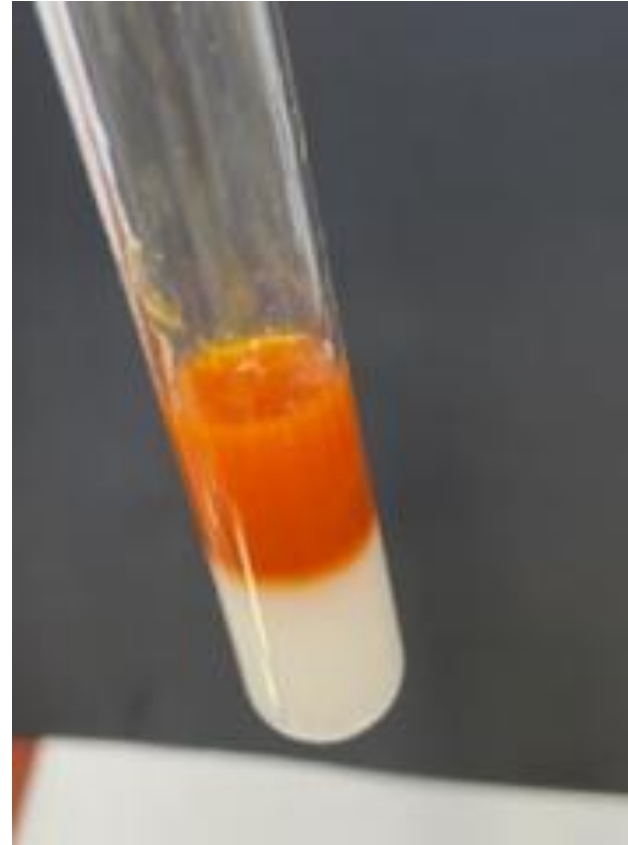
### Nachweis als Peroxometallkomplex

Vorgehen:

- Im Reagenzglas: US + konz.  $\text{H}_2\text{SO}_4$
- 5 min. Kochen dann abkühlen lassen
- $\text{H}_2\text{O}_2$  zugeben
- Gelborange Färbung = Titan pos.

Potentielle Störung durch  $\text{F}^-$

→ Bildung von  $[\text{TiF}_6]^{2-}$  (farblos)

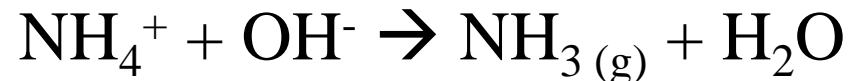


## 6. Blaukreuzverfahren

Nachweis für Ammonium

Vorgehen:

- Auf einem Uhrglas: US + NaOH
- In die Wölbung eines zweites Uhrglas ein feuchtes Indikatorpapier kleben und zum abdecken nutzen, so dass sich eine „Reaktionskammer“ bildet.
- Auf die Außenseite des Uhrglases ein zweites Indikatorpapier kleben und somit ein Kreuz legen.
- Verfärbt sich das innere Indikatorpapier blau = Ammonium pos.



Negativ



Positiv



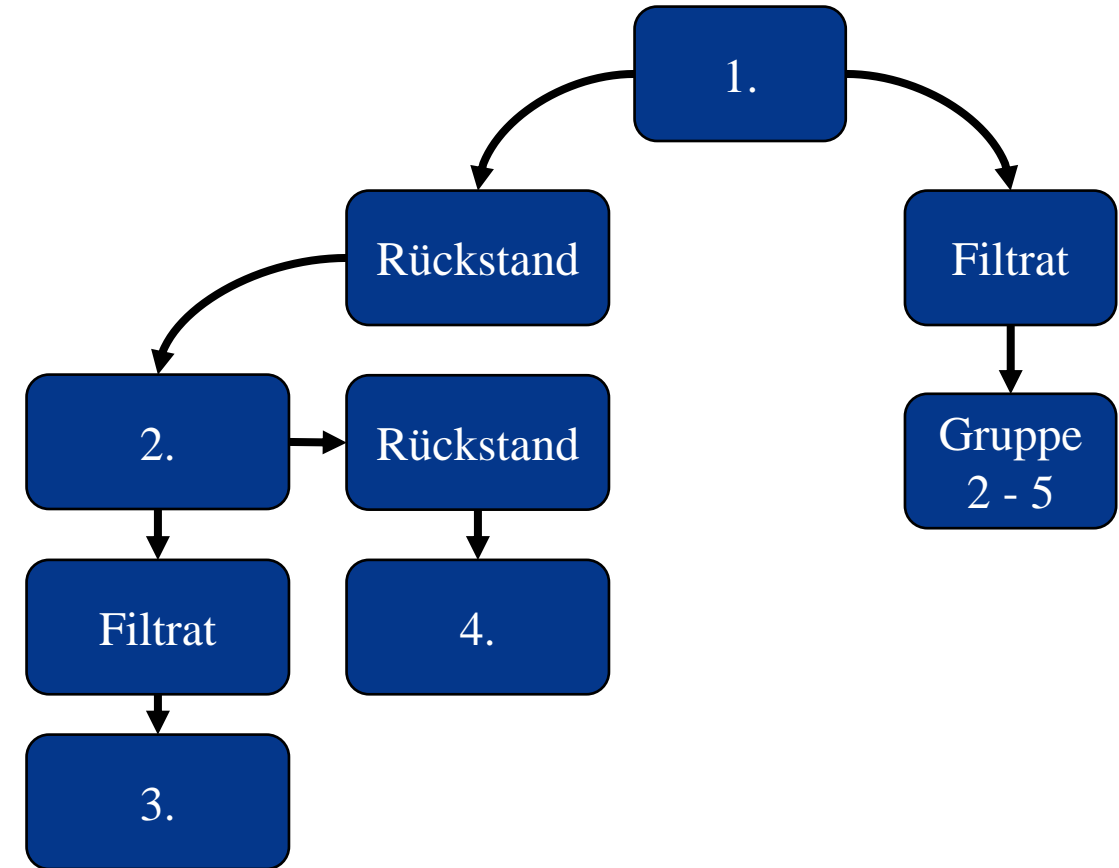
- **Umfasst folgende Kationen:  $\text{Pb}^{2+}$ ,  $\text{Hg}^+$  und  $\text{Ag}^+$**

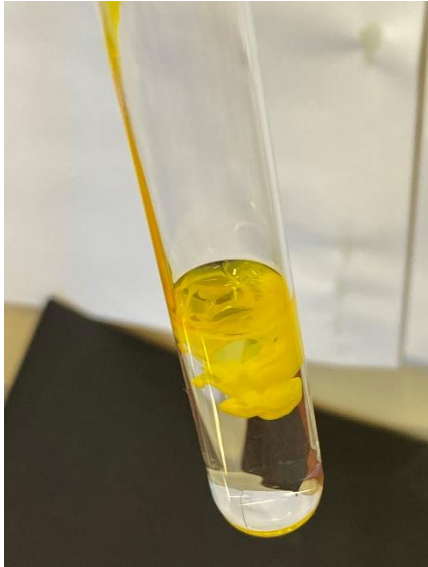
- **Werden gefällt als: Chloride**

- **pH-Wert:  $\approx 0$**

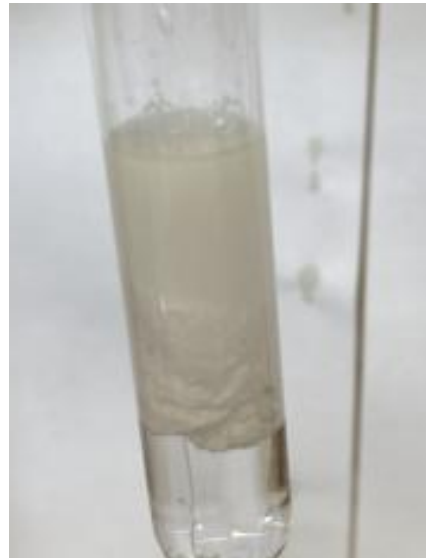
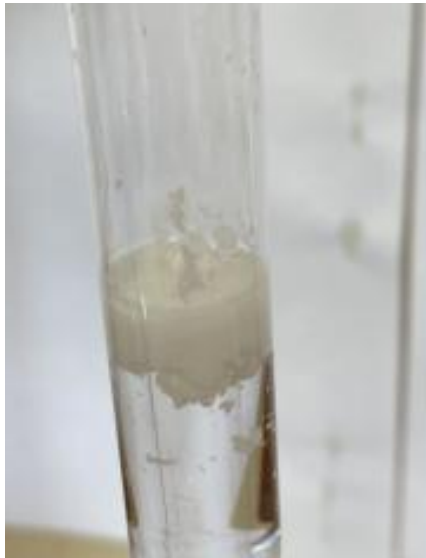
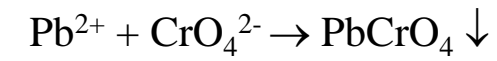
- **Vorgehen**

1. US in halbkonz. HCl kochen, abkühlen lassen dann filtrieren.
2. Rückstand mehrfach mit kochendem Wasser übergießen.
3. Das Filtrat stark abkühlen, dadurch fällt  $\text{PbCl}_2$  aus (ggf. Nachweis als Bleichromat)
4. Filtrerrückstand aus 2. mit  $\text{NH}_3$ -Lsg. übergießen. Bleibt ein schwarzer Filtrerrückstand liegt  $\text{Hg}^+$  vor. Das Filtrat mit  $\text{HNO}_3$  ansäuern. Weißer Niederschlag =  $\text{Ag}^+$

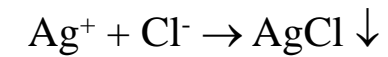




## Nachweis von $\text{Pb}^{2+}$ als $\text{PbCrO}_4$



## Nachweis von $\text{Ag}^+$ als $\text{AgCl}$



# Die H<sub>2</sub>S-Gruppe

- Umfasst folgende Kationen:



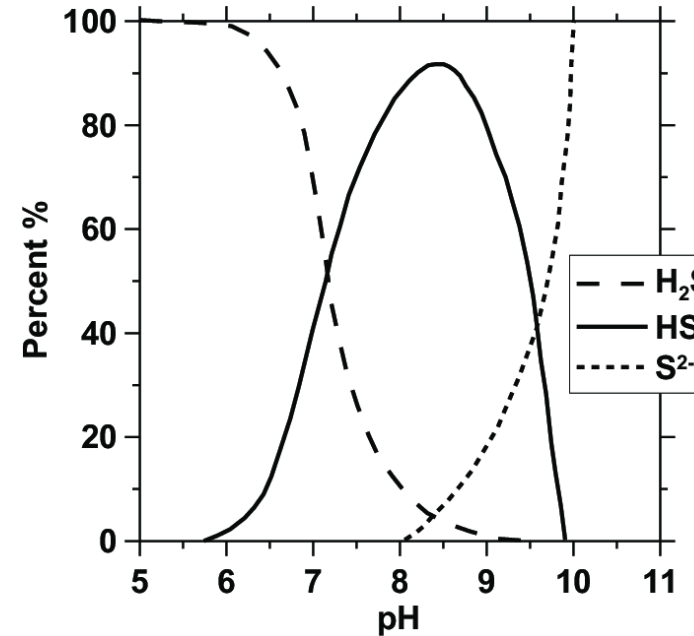
- Werden gefällt als: Sulfide

- pH-Wert:  $\approx 0 - 3$

- Das Trennprinzip beruht auf der pH-Wert

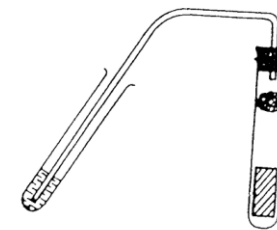
Abhängigkeit der S<sup>2-</sup>-Konzentration, somit ist eine fraktionierte Fällung möglich.

- **Alle Arbeiten mit H<sub>2</sub>S werden unter dem Abzug erledigt. Die genutzten Glasgeräte bleiben im Abzug stehen!**



[https://www.researchgate.net/publication/269165168\\_Review\\_of\\_Microbially\\_Induced\\_Corrosion\\_and\\_Comments\\_on\\_Needs\\_Related\\_to\\_Testing\\_Procedures/figures?lo=1](https://www.researchgate.net/publication/269165168_Review_of_Microbially_Induced_Corrosion_and_Comments_on_Needs_Related_to_Testing_Procedures/figures?lo=1)

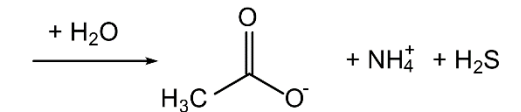
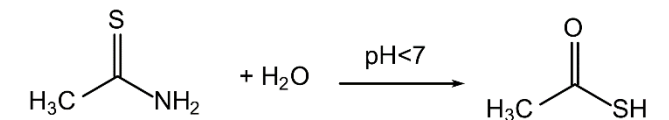
H<sub>2</sub>S-Entwickler:



Für eine Vollanalyse reichen 0,5 g Sulfidogen. (2 - 3 Spatelspitzen!)

Toxikologie von Schwefelwasserstoff:

Lähmung des Atemzentrum schon bei geringen Konzentrationen, deshalb unter dem Abzug arbeiten!



Früher

Heute



Filtrat der HCl-Gruppe in 100 ml Becherglas geben  
→  $\Delta T$  → + H<sub>2</sub>S aus Thioacetamid → mit Wasser das  
Volumen verdoppeln →  $\Delta T$  → + H<sub>2</sub>S (pH Wert = 0-2)  
Vorgang wiederholen bis etwa 80 ml erreicht sind.  
Auf Vollständigkeit der Fällung prüfen!

**pH-Wert beachten!!!**

Filtrat

Gruppe 3 - 5

PbS, HgS, Bi<sub>2</sub>S<sub>3</sub>, CuS, CdS, AsS, Sb<sub>2</sub>S<sub>3</sub>, SnS

Schwarz, schwarz, dunkelbraun, schwarz, gelb, ocker, orange, hellgelb

Niederschlag mehrfach mit LiOH/KNO<sub>3</sub> Lösung waschen

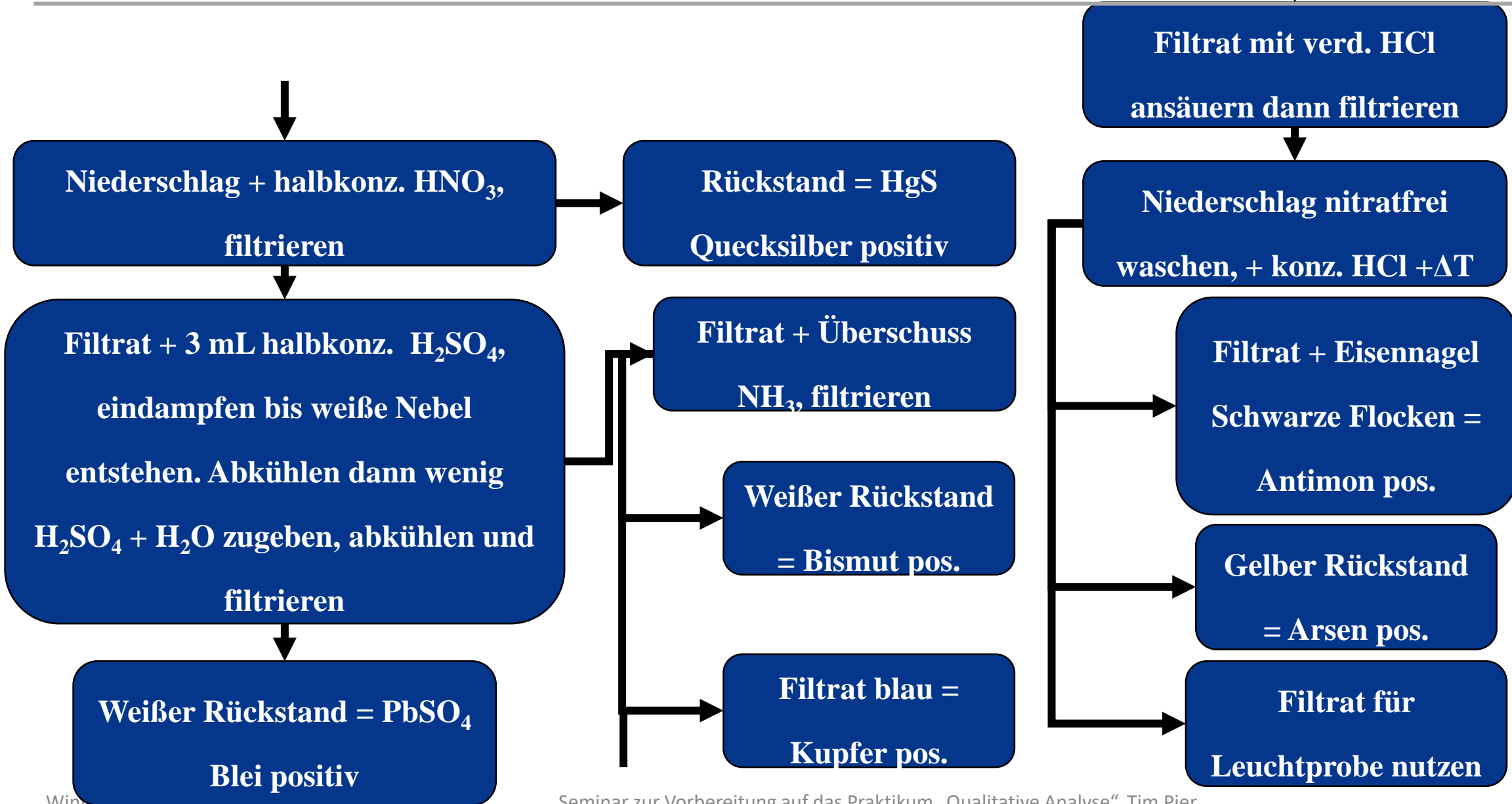
Kupfergruppe

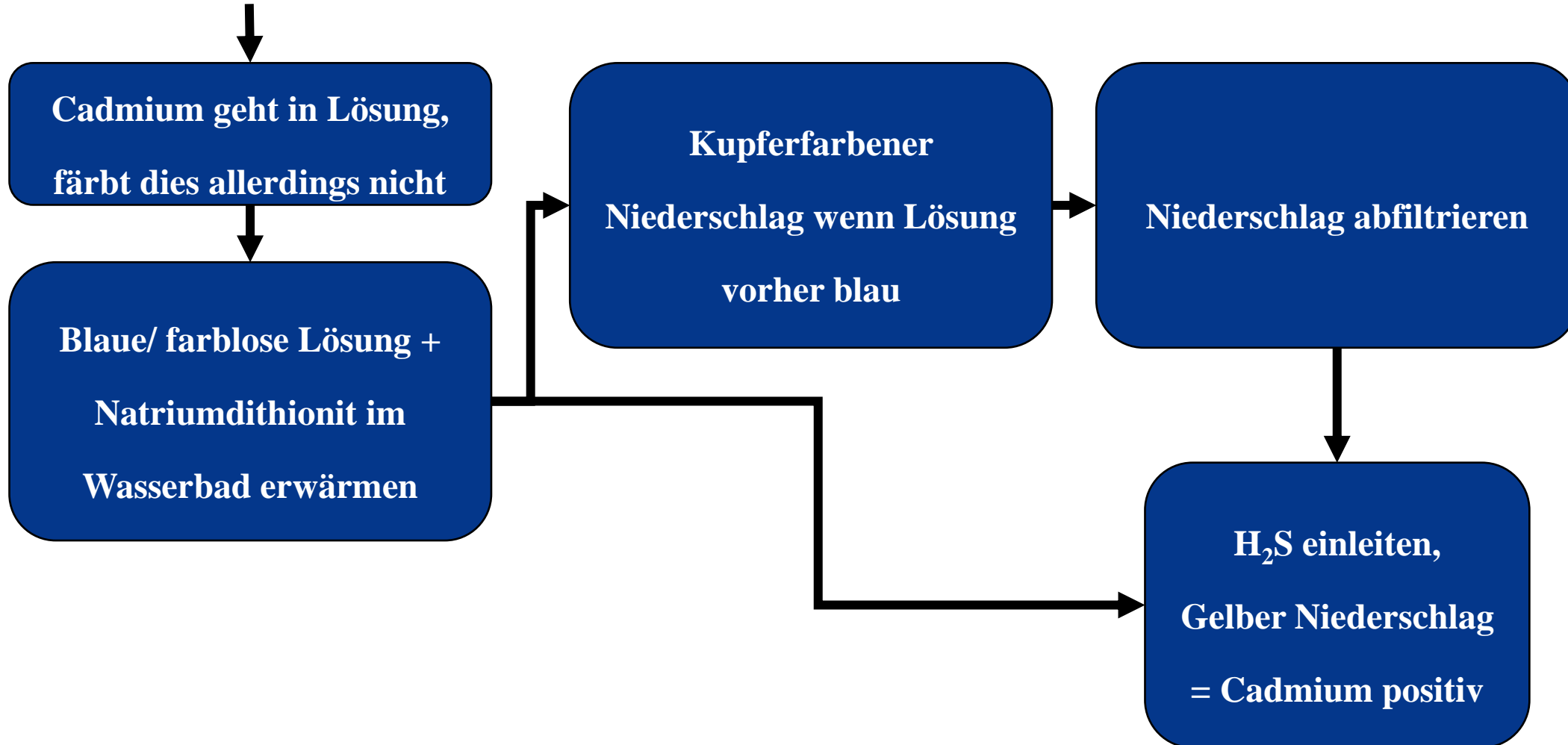
PbS, HgS, Bi<sub>2</sub>S<sub>3</sub>, CuS, CdS,

Arsengruppe

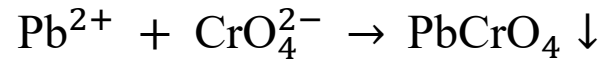
[AsS<sub>4</sub>]<sup>3-</sup>, [SbS<sub>4</sub>]<sup>3-</sup>, [SnS<sub>3</sub>]<sup>3-</sup>,

# Die H<sub>2</sub>S-Gruppe

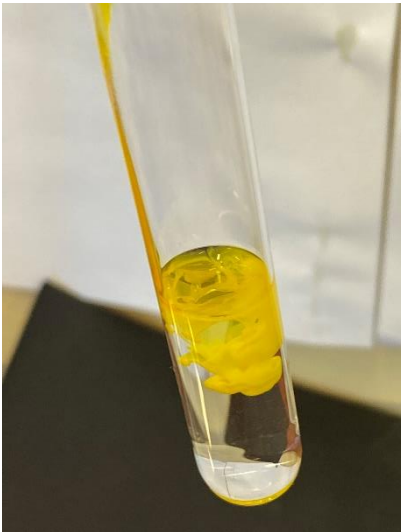




## Nachweis von Pb<sup>2+</sup> als PbCrO<sub>4</sub>

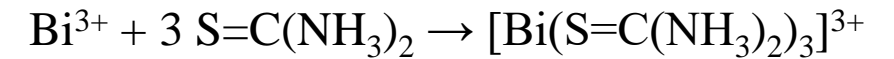


(K<sub>2</sub>CrO<sub>4</sub> + HAc)



## Nachweis von Bi<sup>3+</sup> als

## Thioharnstoffkomplex

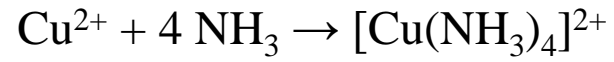


(US. + Spsp. Thioharnstoff + 1 Tr. 2 mol/l HNO<sub>3</sub> +

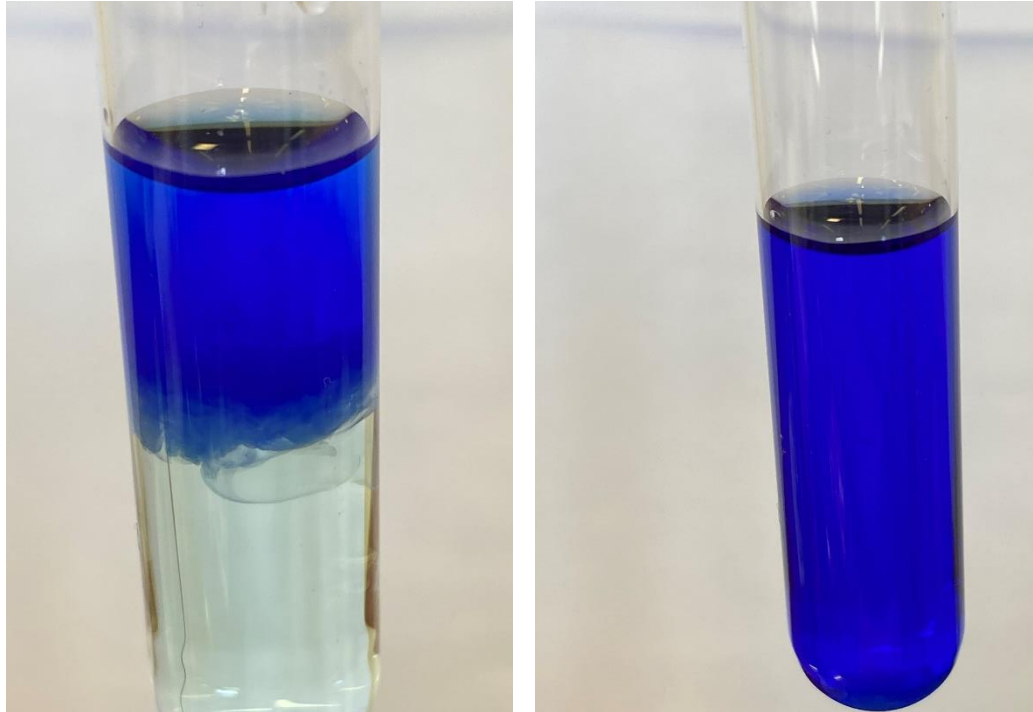
Spsp. Weinsäure (maskiert Antimon Sb<sup>3+</sup>))



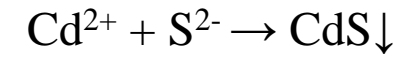
## Nachweis von Cu<sup>2+</sup> als Kupfertetraminkomplex



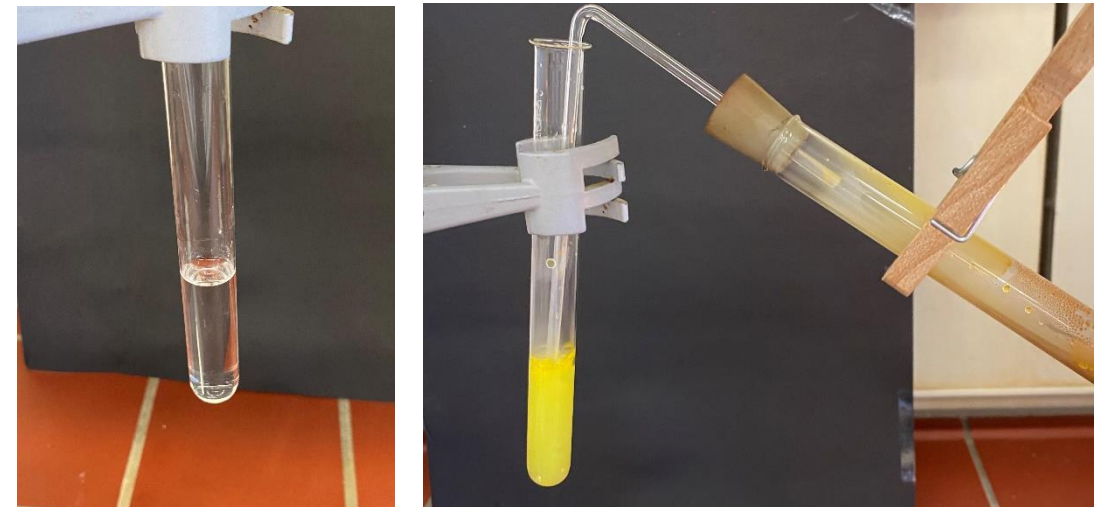
(NH<sub>3</sub>)



## Nachweis von Cd<sup>2+</sup> als CdS



(schwach mineralsaure Lösung + H<sub>2</sub>S)



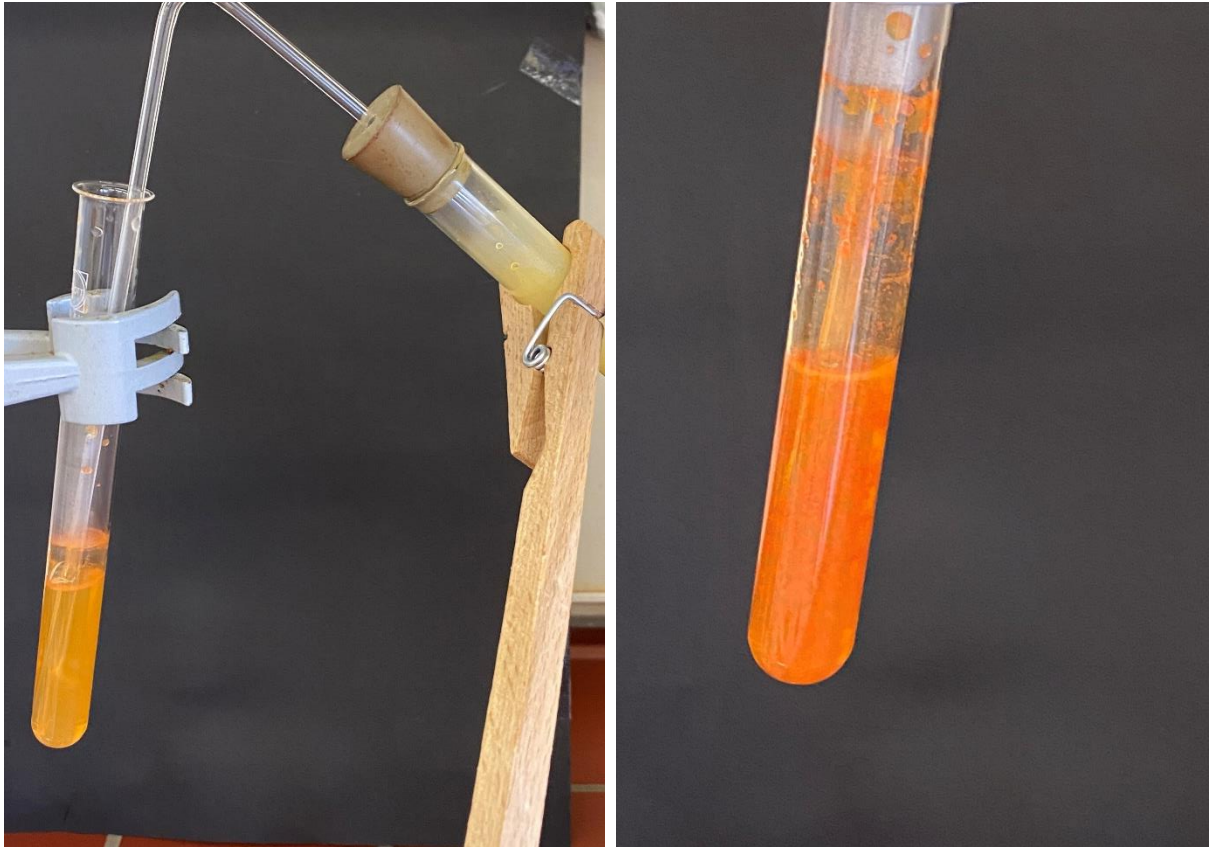
## 4. Marsh'sche Probe

Nachweis für Arsen und Antimon

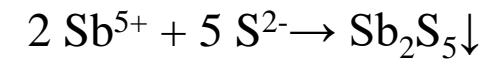
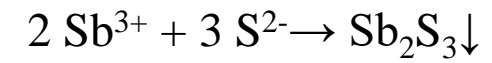
Vorgehen:

- Im Reagenzglas: US + halbkonz. HCl + CuSO<sub>4</sub>-Lsg. + Zinkgranalie
- Knallgasprobe!!**
- Verschließen und das austretende Gas entzünden
- Flamme auf eine kühle Keramikoberfläche halten
- Unterscheidung von As und Sb → As ist löslich in frischer ammoniakalischer H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>-Lsg.





## Nachweis von Sb<sup>3+/5+</sup> als Sb<sub>2</sub>S<sub>5</sub>

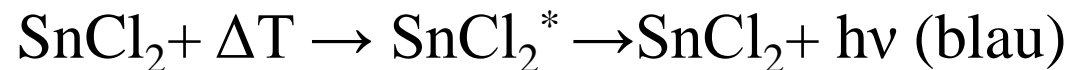
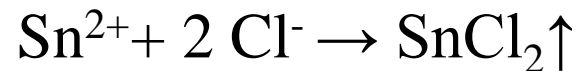
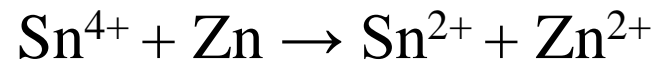


(saure Lösung + H<sub>2</sub>S)

## Leuchtprobe

Vorgehen:

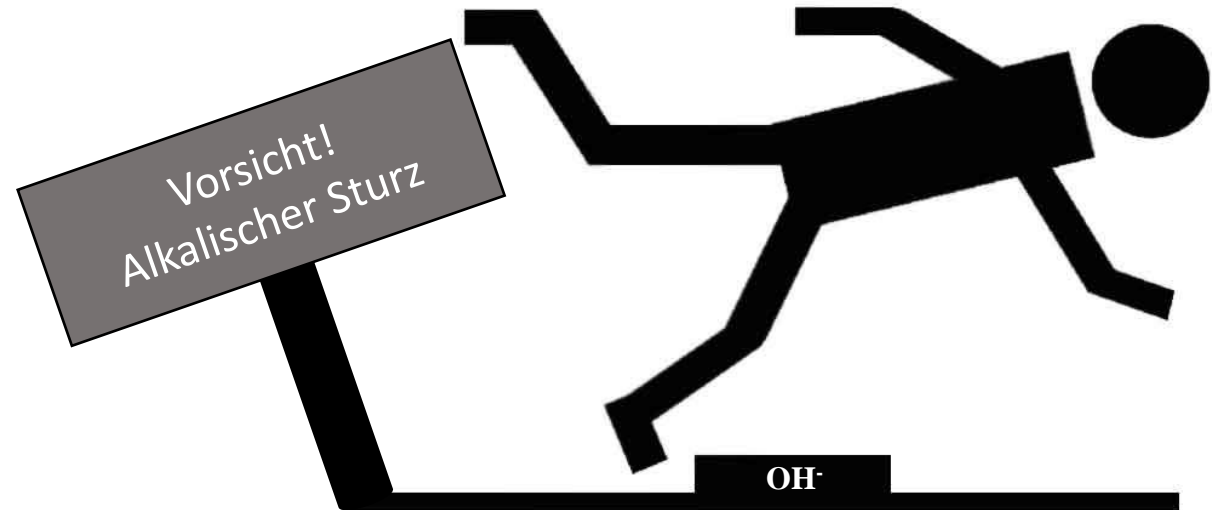
- Im Becherglas: US + Zinkgranalie + konz. HCl
- Reagenzglas mit Eis oder eiskaltem Wasser füllen
- Reagenzglas in die Probelösung halten
- Das befeuchtete Reagenzglas in eine nicht leuchtende Brennerflamme halten
- Blaues Leuchten an der Glaswand = Zinn pos.





# Die Urotropin-/ Ammoniumsulfidgruppe

- Umfasst folgende Kationen:  $\text{Fe}^{3+}$ ,  $\text{Cr}^{3+}$ ,  $\text{Al}^{3+}$ ,  $\text{Ti}^{3+/4+}$ ,  $\text{Co}^{2+}$ ,  $\text{Ni}^{2+}$ ,  $\text{Zn}^{2+}$ ,  $\text{Mn}^{2+}$
- Werden gefällt als: Hydroxide, Sulfide
- pH-Wert:  $\approx 5 - 8$



Quelle: <https://www.rechtsanwaltskanzlei-warai.de/medizinrecht/sturz-im-kaufhaus-schadenersatz-und-schmerzensgeld/>

# Die Urotropin-/ Ammoniumsulfidgruppe

## Filtrat der H<sub>2</sub>S- Gruppe

1. H<sub>2</sub>S verkochen
2. einige Tr. Konz. HNO<sub>3</sub> zugeben
3. Eine Spsp. NH<sub>4</sub>Cl zugeben und in der Hitze NH<sub>3</sub> zutropfen bis pH ca. 9

Ti<sup>4+</sup> muss aus der  
Ursubstanz nachgewiesen  
werden (Ti wird nur als  
unlösliche Verbindungen  
eingesetzt)

Fe(OH)<sub>3</sub> (braun), Cr(OH)<sub>3</sub> (grau-grün), Al(OH)<sub>3</sub> (weiß) fallen aus.

## Alkalischer Sturz:

Niederschlag mit heißem Wasser waschen, mit wenig heißer verd. HCl lösen  
+ einige Tr. NaOH zum neutr. Lsg. (1:1) in 30%iger NaOH + 3%ige H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>  
geben, unter Umrühren kurz zum Sieden erhitzen, filtrieren:

Filtrat  
(enthält Co<sup>2+</sup>, Ni<sup>2+</sup>, Zn<sup>2+</sup>,  
Mn<sup>2+</sup>)

↓

**Fe(OH)<sub>3</sub> löst sich nicht.**

- 1. Niederschlag mit heißem Wasser waschen**
- 2. In verd. HCl lösen**
- 3. Zugabe von NH<sub>4</sub>SCN**
- 4. Blutrote Färbung = Eisen pos.**

↓

**Cr(OH)<sub>3</sub> löst sich.**

**Ist Cr(VI) vorhanden  
ist die Lösung gelb  
gefärbt.**

↓

**Al(OH)<sub>3</sub> löst sich.**

- 1. Filtrat + NH<sub>4</sub>Cl**
- 2. Niederschlag lösen**
- 3. HAc zugeben**
- 4. Morinlsg. Zugeben**
- 5. Grüne Emission unter UV  
Anregung = Aluminium pos.**

# Die Urotropin-/ Ammoniumsulfidgruppe



Filtrat schwach ammoniakalisch stellen (pH 8-9), Lsg. erwärmen und Thioacetamidlg. zugeben anschließend erwärmen .

Filtrat

Gruppe 4 + 5

CoS (schwarz), NiS (schwarz), ZnS (weiß), MnS (leicht rosa) fallen aus.

Filtrat enthält (Mn<sup>2+</sup>)

Niederschlag mehrfach mit verd. HAc aufschlämmen, erwärmen und filtrieren

Niederschlag mehrfach mit verd. HCl aufschlämmen, erwärmen und filtrieren

Filtrat enthält Zn<sup>2+</sup> und ggf. verschlepptes Mn<sup>2+</sup>

1. Filtrat + 1 mL H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> + 10 Tr. AgNO<sub>3</sub> + PbO<sub>2</sub>
2. Ca. 5 Minuten im Wasserbad erwärmen
3. Violett = Mangan pos.

# Die Urotropin-/ Ammoniumsulfidgruppe

↓

1. Niederschlag + verd. HAc + 2 Tr. 3%ige H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>-Lsg., lösen

2. H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> verkochen

↙ ↘

1. Lösung + 1 Spatelspitze

NH<sub>4</sub>SCN

2. Amylalkohol zugeben

3. Blaue Färbung der

Alkoholschicht =

Cobalt pos.

1. Lösung + NH<sub>3</sub>

2. H<sub>2</sub>DMG zugeben

3. Roter Niederschlag =

Nickel pos.

↓

Mitgeschlepptes Mn<sup>2+</sup> muss

abgetrennt werden!

1. Filtrat + NaOH Plätzchen,

kochen, filtrieren

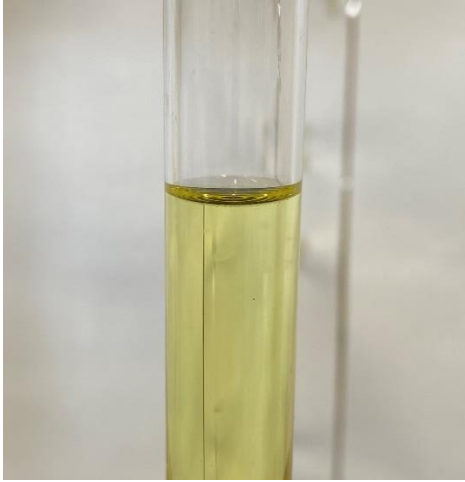
2. Filtrat mit HAc schwach

ansäuern

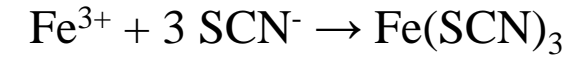
3. Thioacetamidlg. + ΔT

4. ZnS fällt nach einiger Zeit

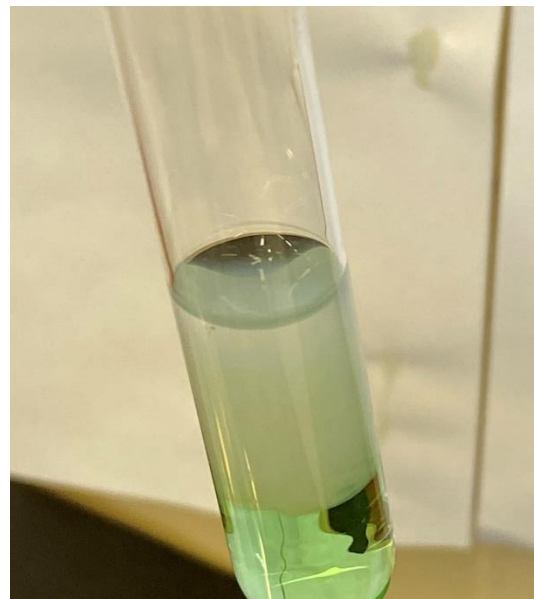
weiß aus



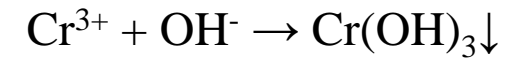
## Nachweis von Fe<sup>3+</sup> als Fe(SCN)<sub>3</sub>



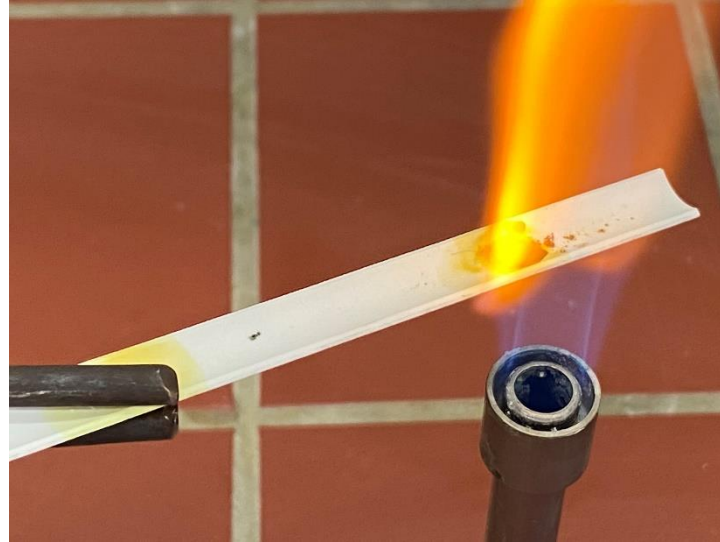
(schwach HCl saure Lösung + 1 mol/l NH<sub>4</sub>SCN)



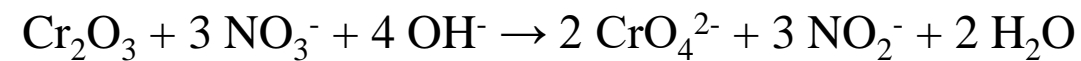
## Nachweis von Cr<sup>3+</sup> als Cr(OH)<sub>3</sub>



(NaOH, NH<sub>3</sub>, Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> oder Urotropin)



## Nachweis von Cr<sup>3+</sup> durch Oxidationsschmelze



(Probe + KOH und KNO<sub>3</sub>)

Probe



Probe + Morin + UV

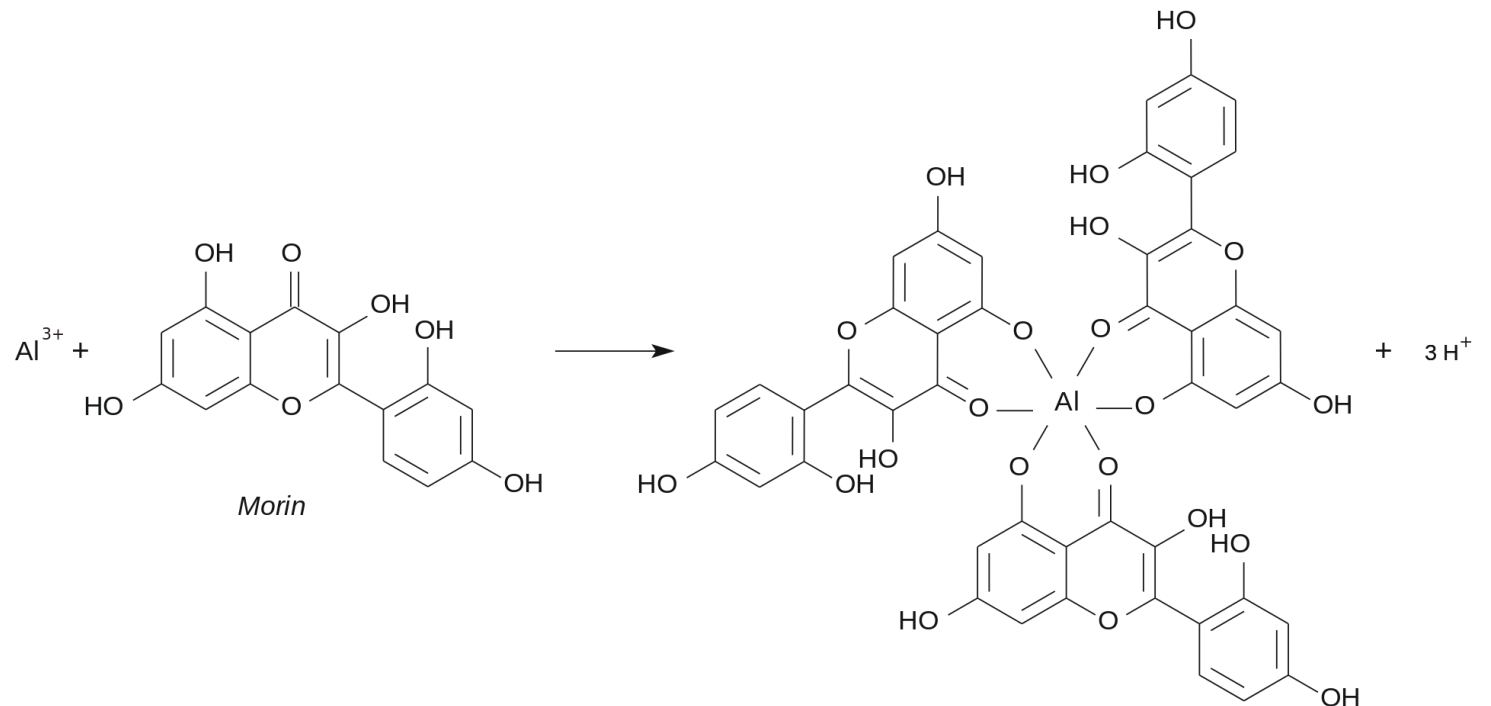


Probe + Morin

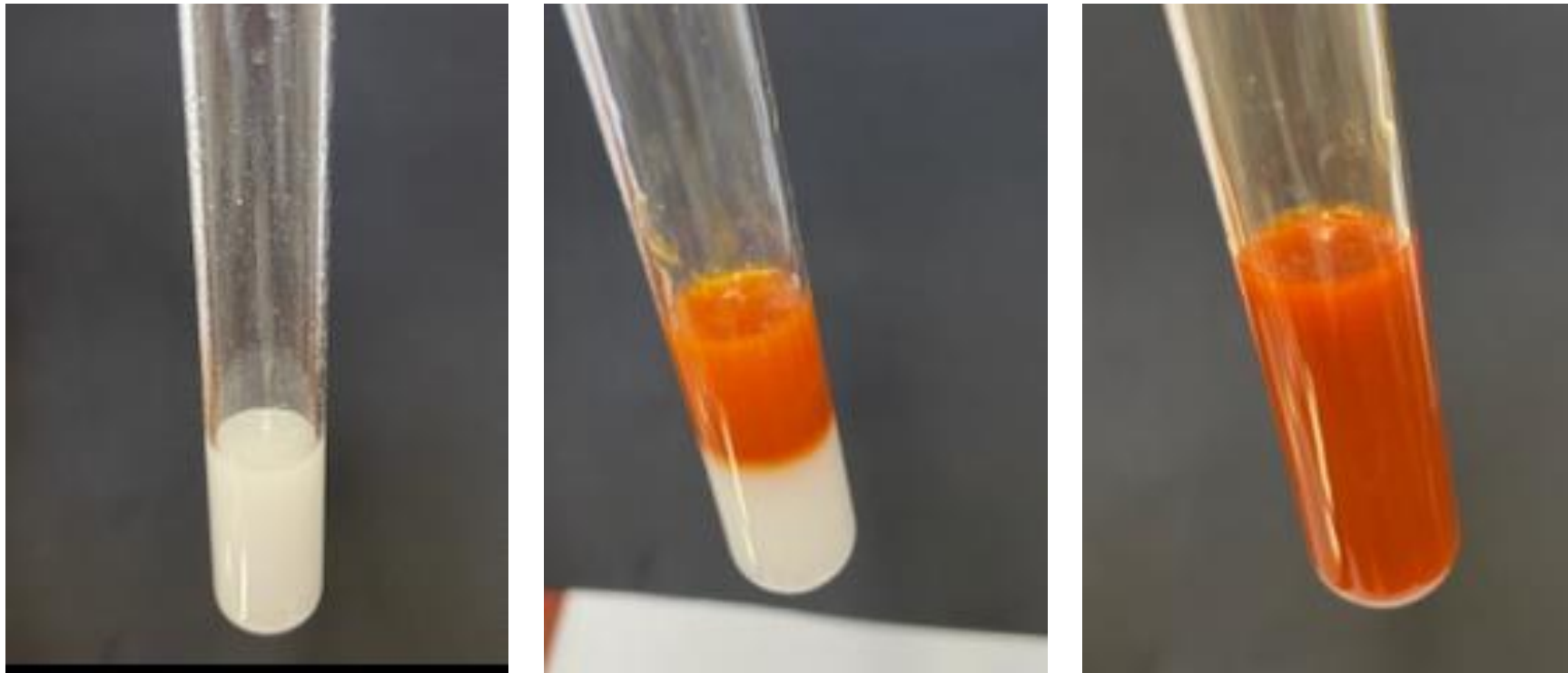


## Nachweis von $Al^{3+}$ als Morin-Komplex

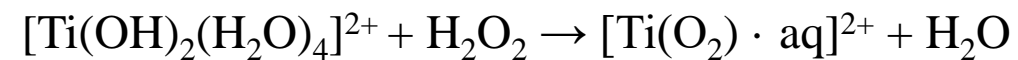
(schwach essigsaure Lösung + Morin)



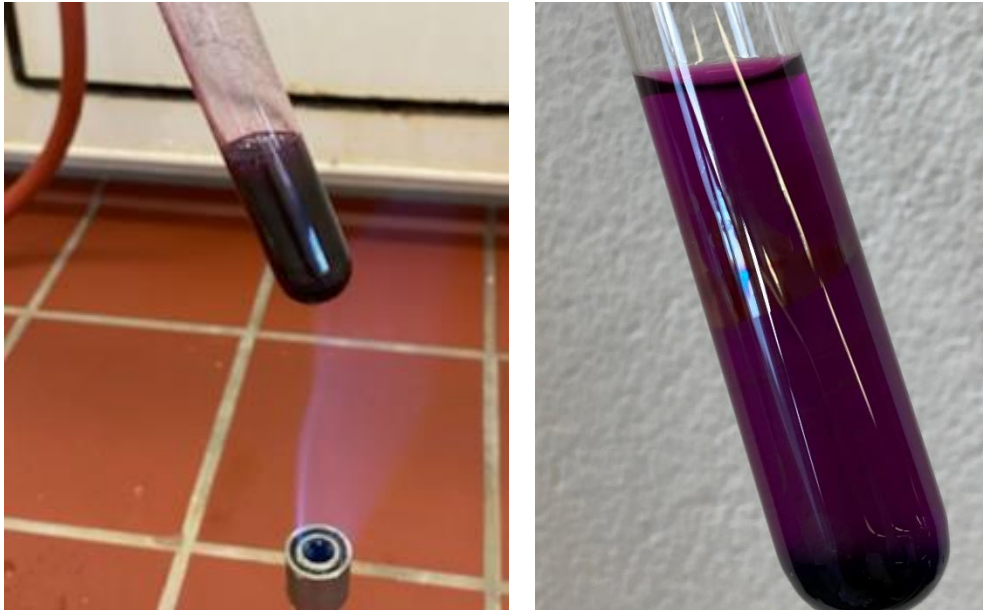




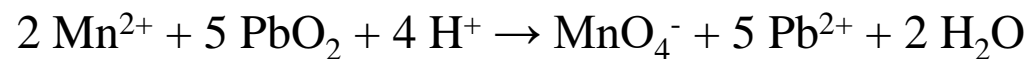
## Nachweis von $\text{Ti}^{4+}$ als $[\text{Ti}(\text{O}_2) \cdot \text{aq}]^{2+}$



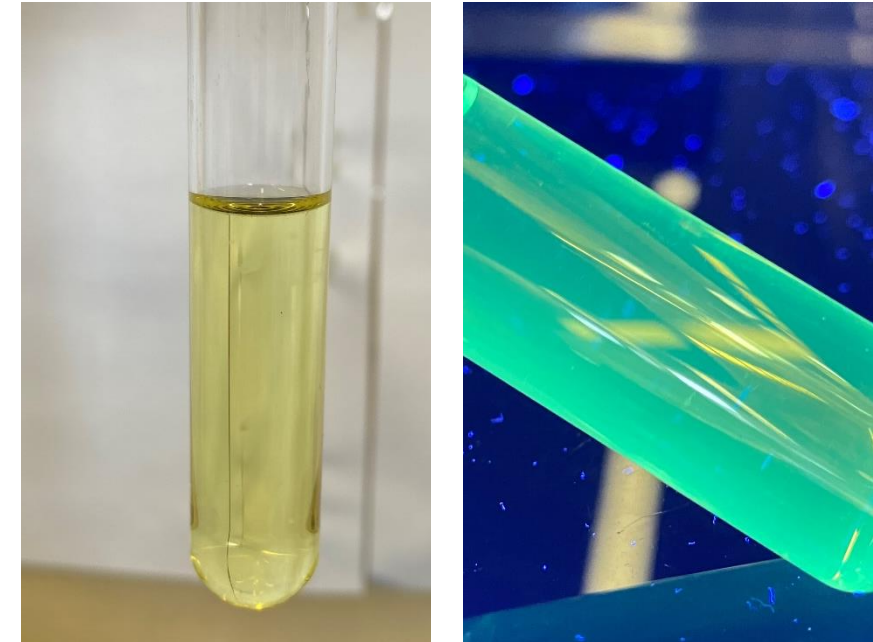
(2,5 mol/l  $\text{H}_2\text{O}_2$ )



## Nachweis von Mangan als $\text{MnO}_4^-$



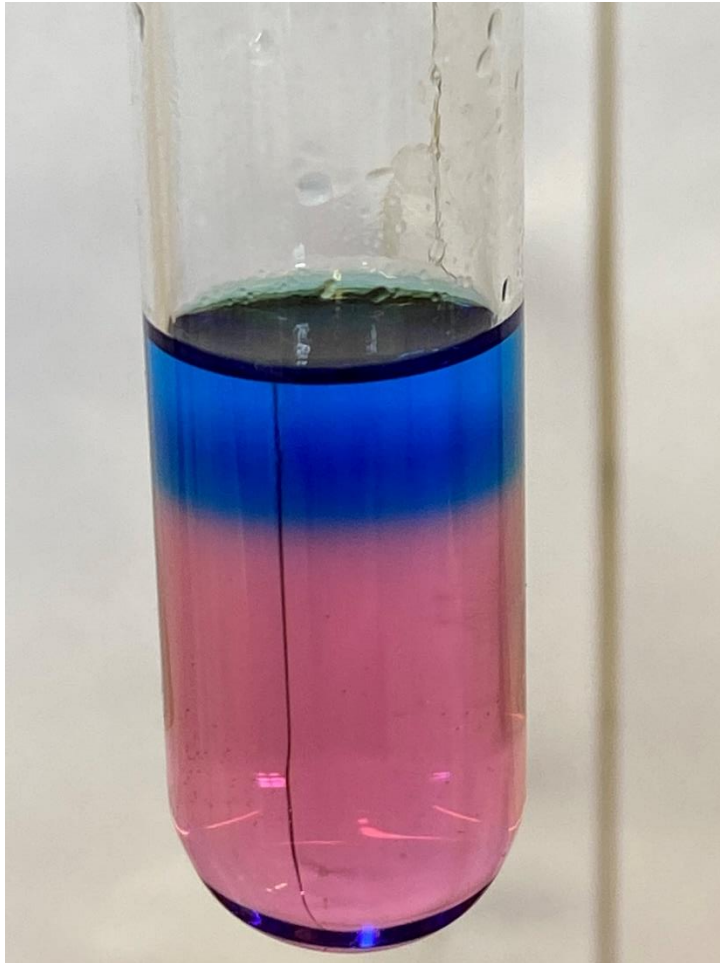
(konz.  $\text{HNO}_3$  +  $\text{PbO}_2$  (viel!))



## Nachweis von $\text{Zn}^{2+}$ als Morin-Komplex

Siehe Nachweis von  $\text{Al}^{3+}$

(schwach essigsäure Lösung + Morin)

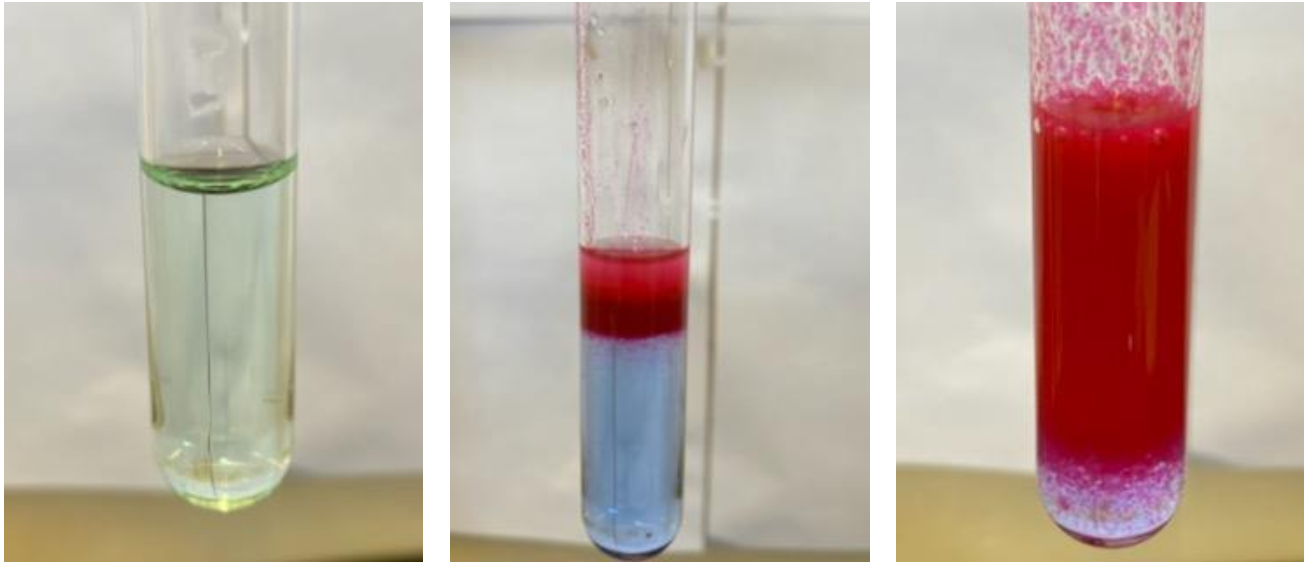


**Nachweis von  $\text{Co}^{2+}$  als  $\text{Co}(\text{SCN})_2$**

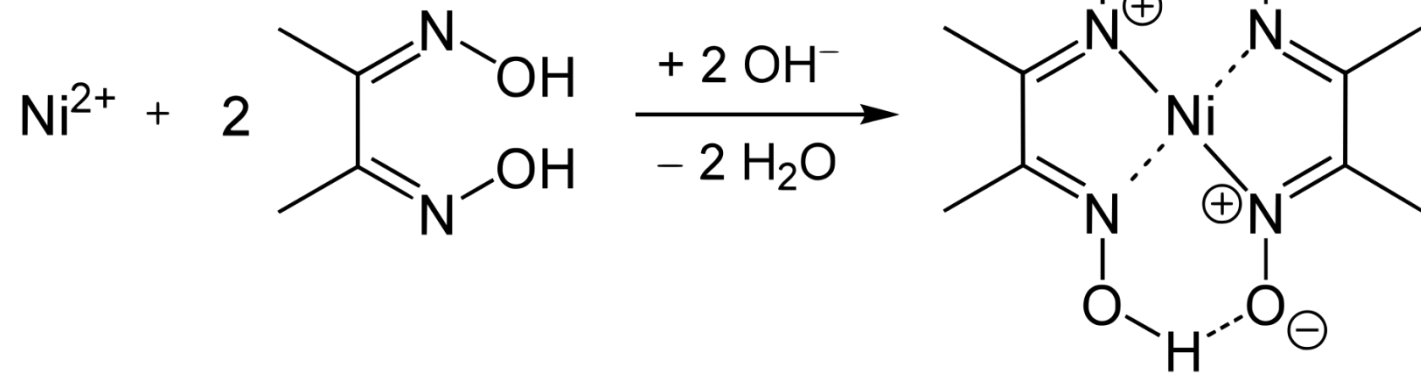
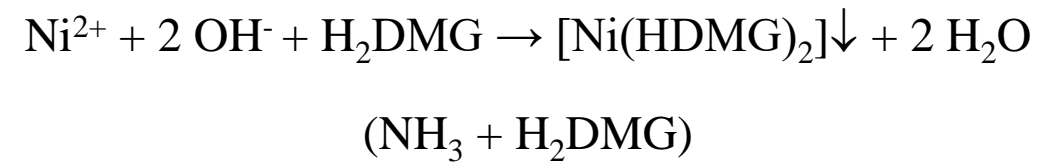
**bzw.  $\text{H}_2[\text{Co}(\text{SCN})_4]$**



(stark essigsauer + KSCN + 1 ml Diethylether )



## Nachweis von Ni<sup>2+</sup> als [Ni(HDMG)<sub>2</sub>]



Quelle: Yikrazuul - Eigenes Werk, Gemeinfrei, <https://commons.wikimedia.org/w/index.php?curid=3859712>

# Die Ammoniumcarbonatgruppe

- Enthält folgende Kationen:  $\text{Ca}^{2+}$ ,  $\text{Sr}^{2+}$ ,  $\text{Ba}^{2+}$
- Werden gefällt als: Carbonate
- pH-Wert:  $\approx 8$

Strontianit



Quelle: Andrew Silver - [http://libraryphoto.cr.usgs.gov/cgi-bin/show\\_picture.cgi?ID=ID.%20BYU%20Mineral%20Specimens%201046](http://libraryphoto.cr.usgs.gov/cgi-bin/show_picture.cgi?ID=ID.%20BYU%20Mineral%20Specimens%201046), Gemeinfrei, <https://commons.wikimedia.org/w/index.php?curid=7870809>

Witherit



Von Rob Lavinsky, iRocks.com – CC-BY-SA-3.0, CC BY-SA 3.0, <https://commons.wikimedia.org/w/index.php?curid=10133120>

Kalzit



Quelle: Rob Lavinsky, iRocks.com – CC-BY-SA-3.0, CC BY-SA 3.0, <https://commons.wikimedia.org/w/index.php?curid=10030057>

## Filtrat der Ammoniumsulfidgruppe

1. Filtrat + verd. HCl (leicht sauer stellen)
2. Lösung stark einengen, bis zur vollständigen Entfernung von  $\text{H}_2\text{S}$
3. Eingeengte Lsg. in eine Porzellanschale geben + 2 mL  $\text{HNO}_3$
4. Unter dem Abzug abrauchen.
5. Abkühlen lassen, mit wenig verd. HCl aufnehmen
6. Mit  $\text{NH}_3$  ammoniakalisch stellen
7. 2 mL  $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$ -Lsg zugeben
8. Ca. 2 Minuten kochen, filtrieren
9. Niederschlag mit heißem Wasser waschen

Filtrat

Gruppe 5

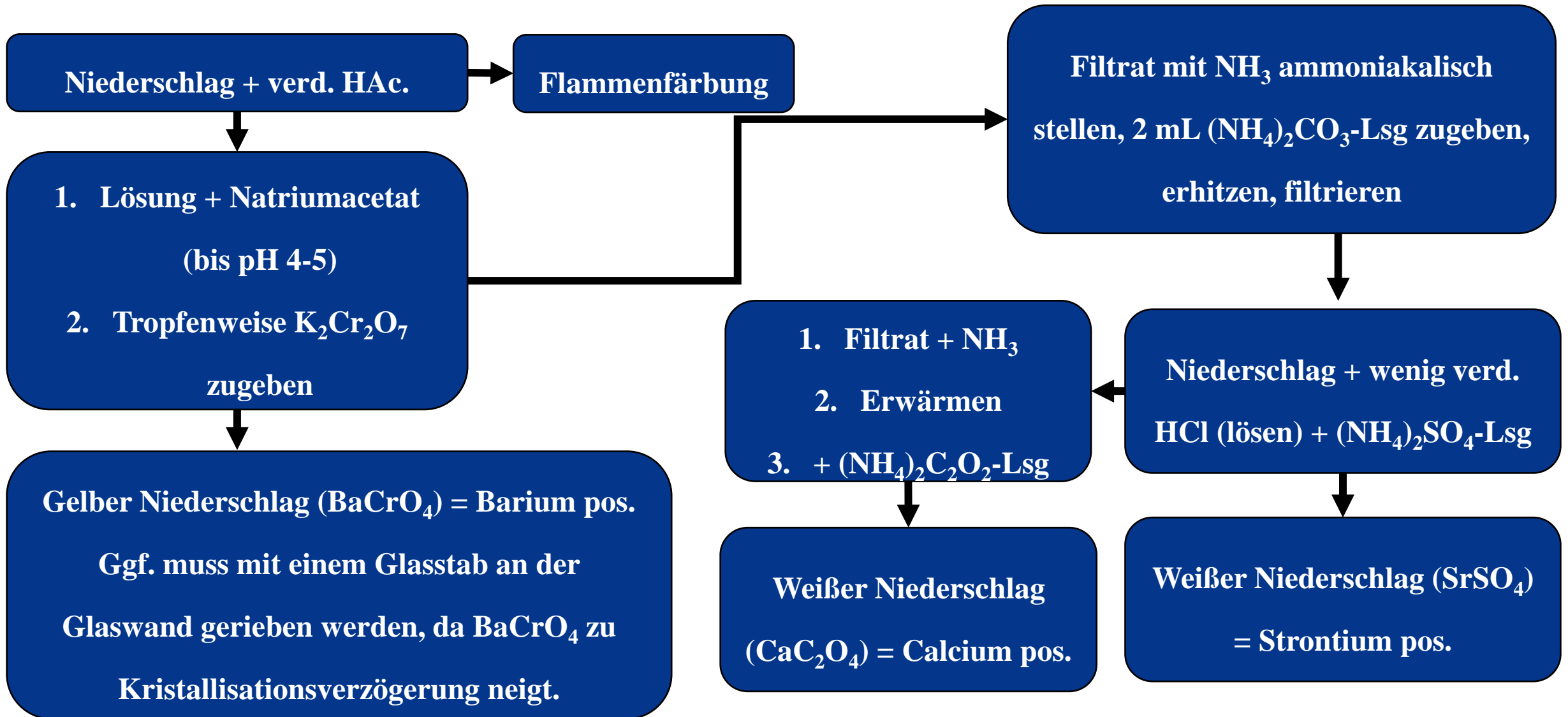
Niederschlag enthält

$\text{CaCO}_3$  (weiß)

$\text{SrCO}_3$  (weiß)

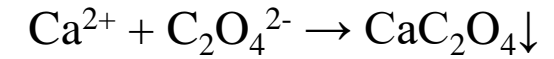
$\text{BaCO}_3$  (weiß)

# Die Ammoniumcarbonatgruppe

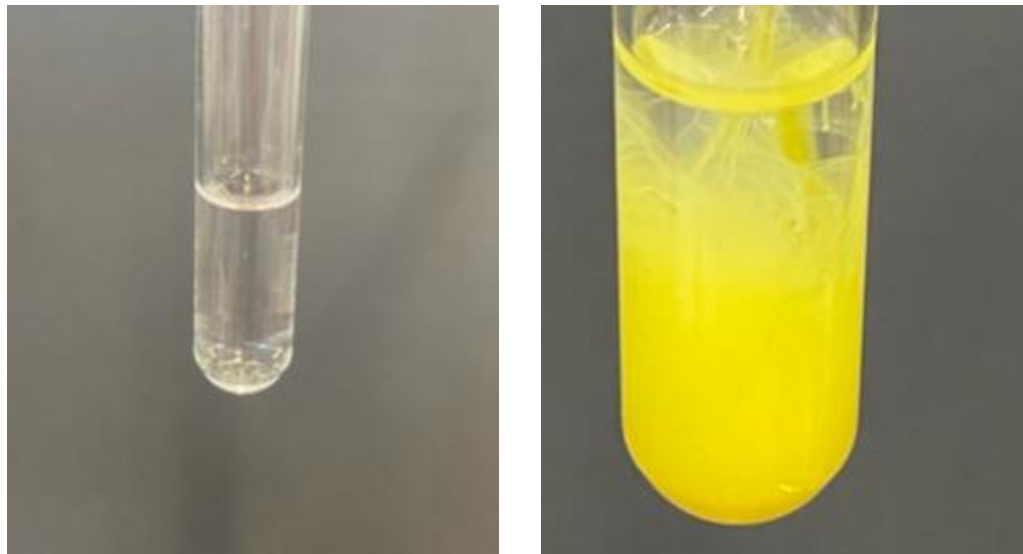




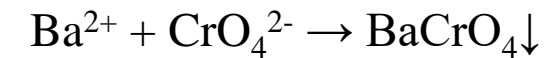
## Nachweis von $\text{Ca}^{2+}$ als Oxalat



(ammoniakalisch + 1 mol/l  $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$ )

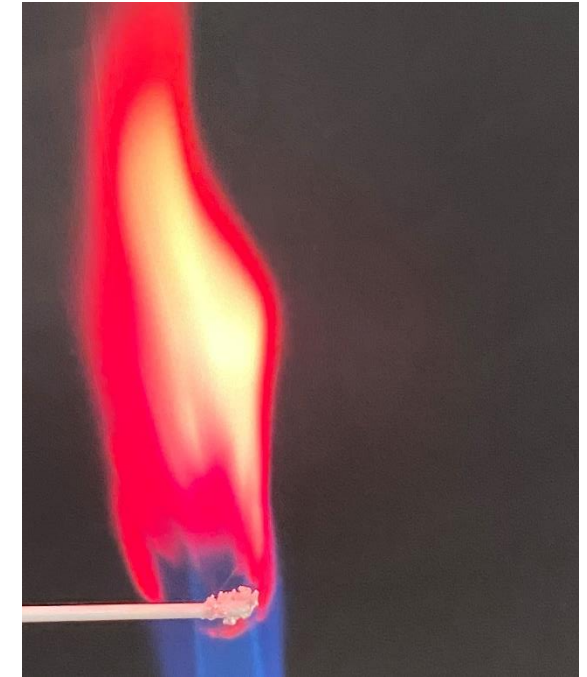
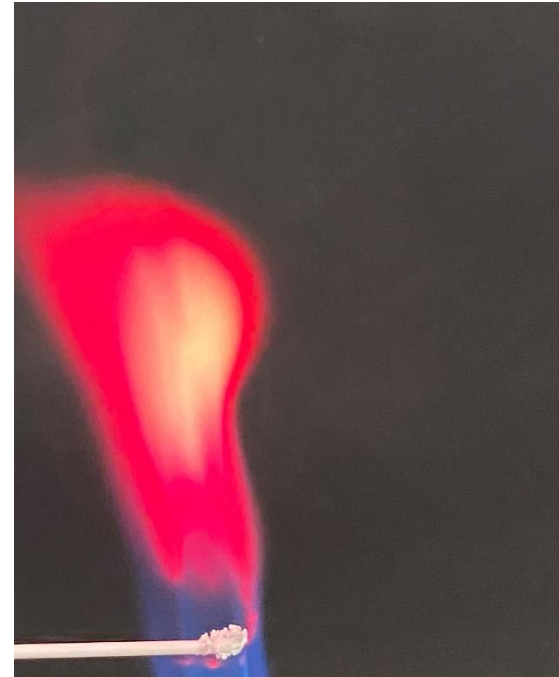
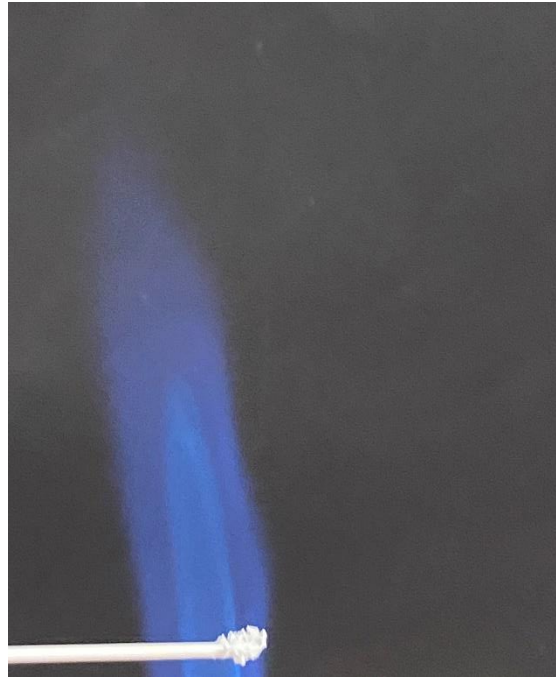
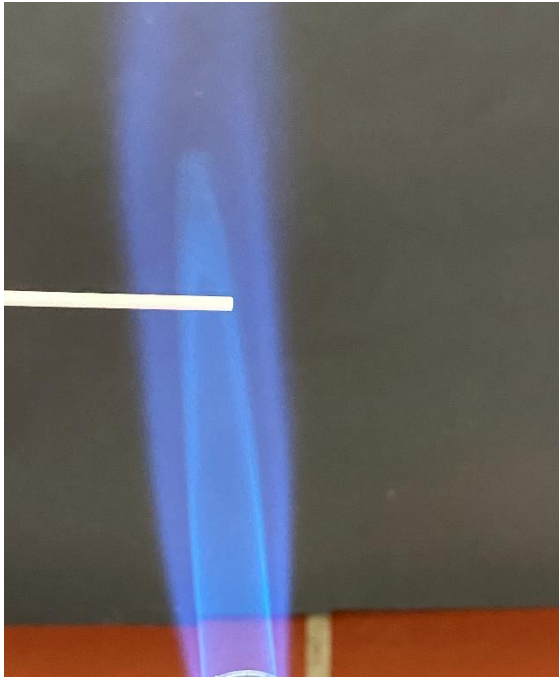


## Nachweis von $\text{Ba}^{2+}$ als Chromat



(schwach essigsauer +  $\text{K}_2\text{CrO}_4$ )

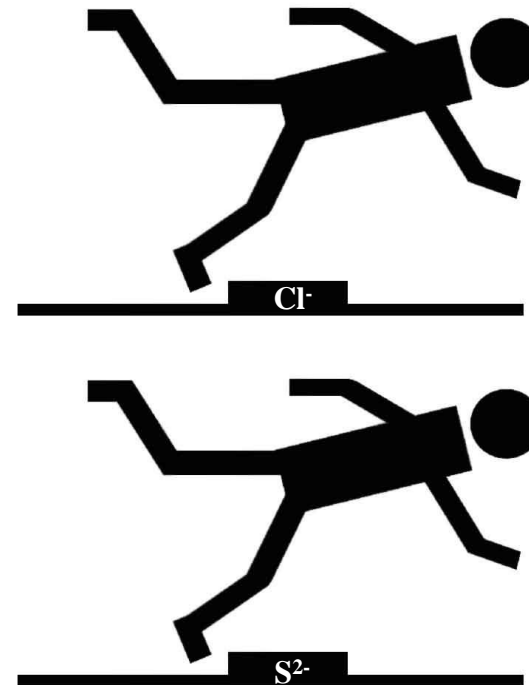




## Nachweis von $\text{Sr}^{2+}$ mittels Flammenfärbung

# Die lösliche Gruppe

- Enthält folgende Kationen:  $\text{Mg}^{2+}$ ,  $\text{K}^+$ ,  $\text{Na}^+$ ,  $\text{Li}^+$ ,  $\text{NH}_4^+$
- pH-Wert:  $\approx 8$



Quelle: <https://www.rechtsanwaltskanzlei-warai.de/medizinrecht/sturz-im-kaufhaus-schadensersatz-und-schmerzensgeld/>

Quelle: <https://dieunsoziale.wordpress.com/2016/09/21/mannmann-einmal-auslachen-bitte/>

## Filtrat der Ammoniumcarbonatgruppe

1. Filtrat stark einengen
2. + 1 mL verd. HCl

### Flammenfärbung:

Für Natrium und Lithium gut. Magnesium und Ammonium zeigen keine Flammenfärbung. Kalium ist manchmal schlecht zu sehen:  
(Kobaltglas)

Magnesium kann gefällt werden.

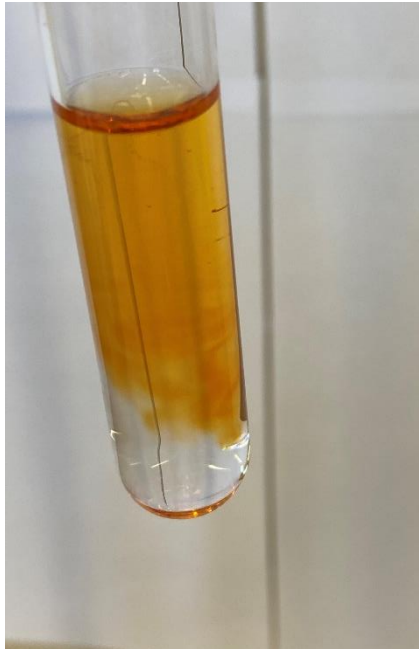
1. Lösung +  $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4 + \text{NH}_3$
2. Erwärmen
3. Weißer Niederschlag, sternenförmig

Kalium kann gefällt werden.

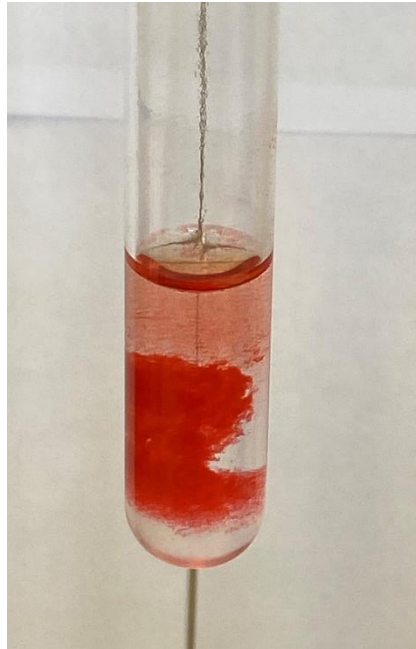
1. Lösung +  $\text{HClO}_4$
2. Weißer Niederschlag, rhombische Kristalle

Nachweis von Ammonium aus der US mittels Blaukreuzverfahren

Negativ



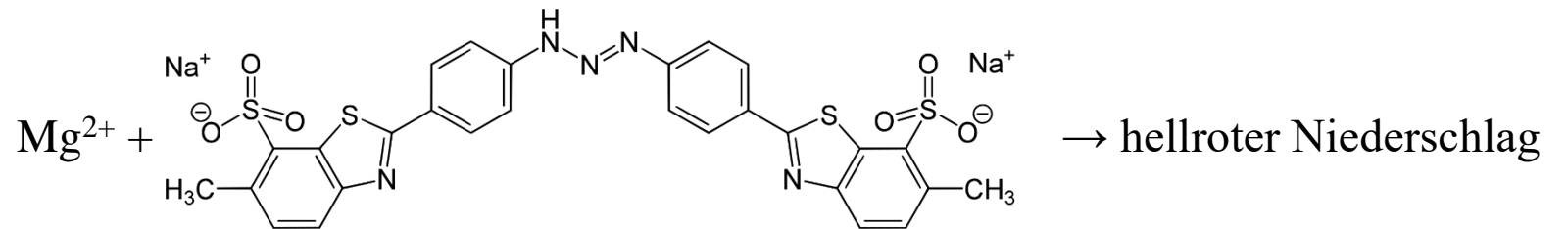
Positiv



## Nachweis von $Mg^{2+}$ als Titangelb-Farblack

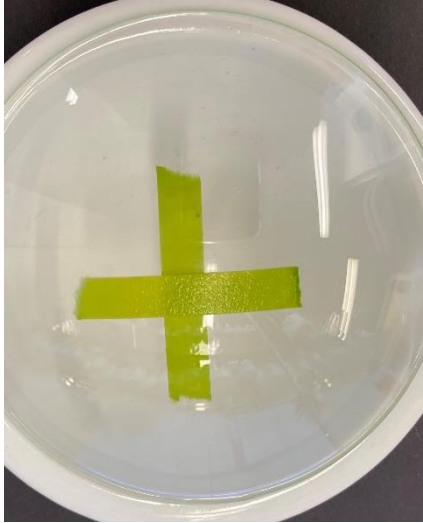


(mit 10 %ig NaOH)



Quelle: Yikrazuul - Eigenes Werk, Gemeinfrei, <https://commons.wikimedia.org/w/index.php?curid=4547238>

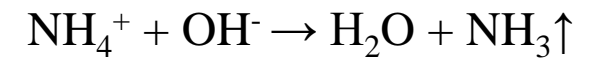
Negativ



Positiv

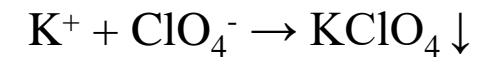


## Nachweis von $\text{NH}_4^+$ mittels Kreuzprobe

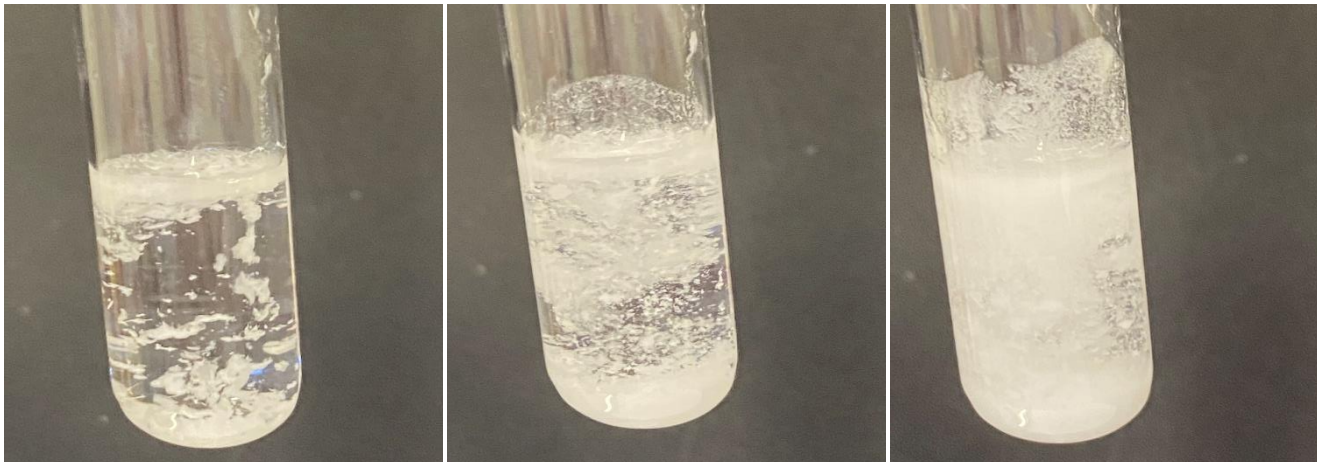


(mit NaOH)

## Nachweis von $\text{K}^+$ als $\text{KClO}_4$



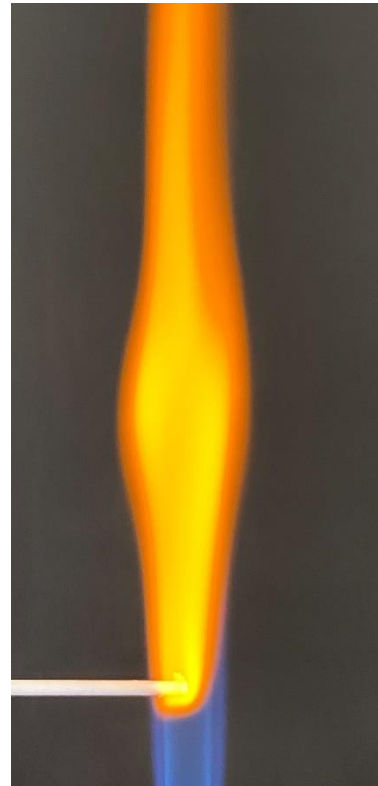
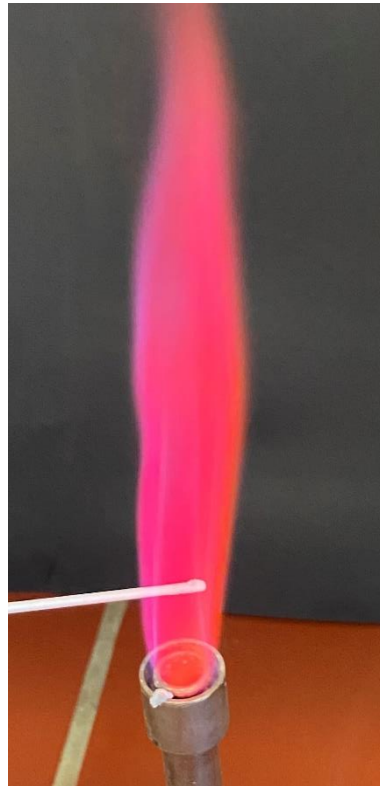
(HCl saure Lösung + 9 mol/l Perchlorsäure ( $\text{HClO}_4$ ))



Lithium



Natrium



**Nachweis von  $\text{Li}^+$  mittels**

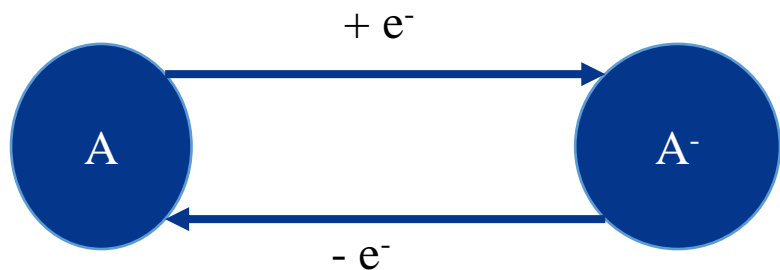
**Flammenfärbung**

**Nachweis von  $\text{Na}^+$  mittels**

**Flammenfärbung**

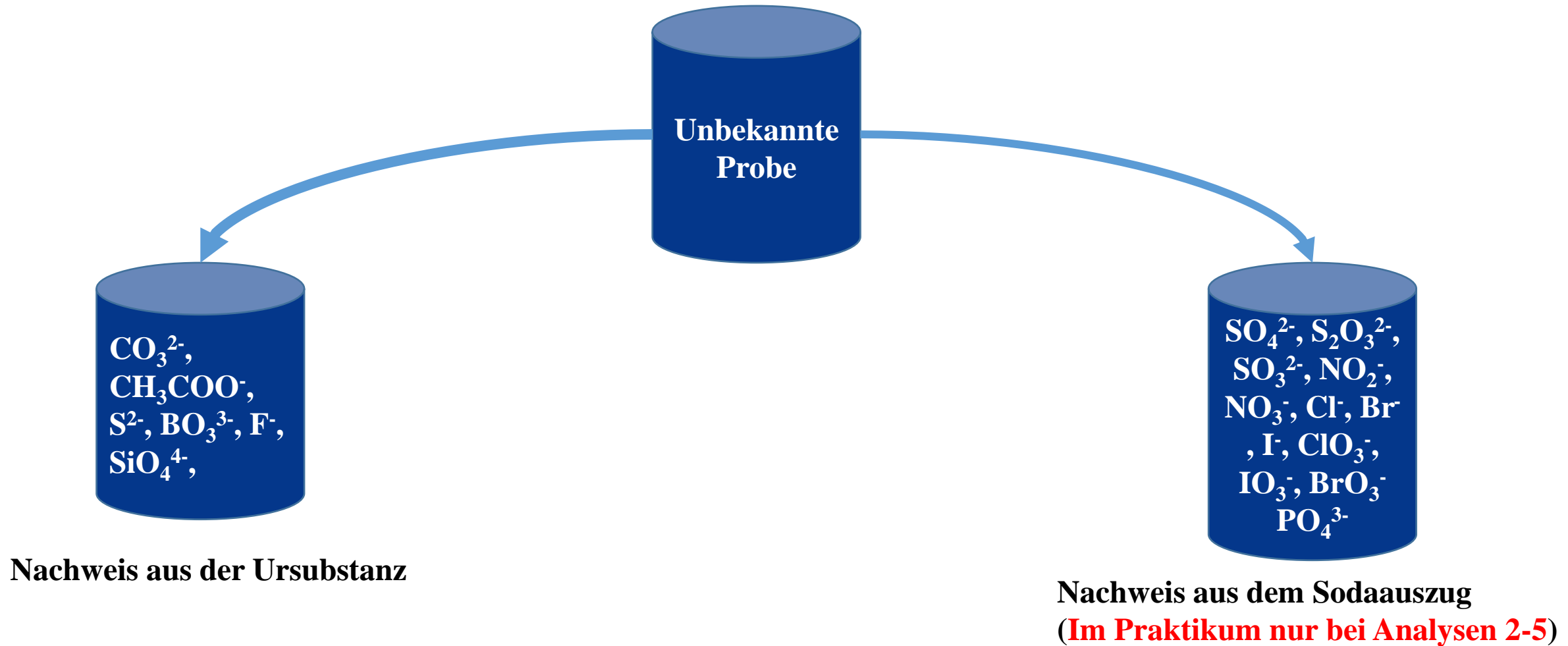
## Was sind Anionen?

Anionen sind Teilchen, die negativ geladen sind, also mehr Elektronen als Protonen besitzen.



## Auswahl einiger Anionen

Name	Formel A <sup>x-</sup>
Fluorid, Chlorid, Bromid, Iodid	F <sup>-</sup> , Cl <sup>-</sup> , Br <sup>-</sup> , I <sup>-</sup>
Iodat, Bromat,	IO <sub>3</sub> <sup>-</sup> , BrO <sub>3</sub> <sup>-</sup>
Sulfid, Sulfat, Thiosulfat	S <sup>2-</sup> , SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup> , S <sub>2</sub> O <sub>3</sub> <sup>2-</sup>
Phosphat	PO <sub>4</sub> <sup>3-</sup>
Nitrit, Nitrat	NO <sub>2</sub> <sup>-</sup> , NO <sub>3</sub> <sup>-</sup>
Silikat	SiO <sub>4</sub> <sup>4-</sup> , SiO <sub>3</sub> <sup>2-</sup>
Cyanid, Thiocyanat	CN <sup>-</sup> , SCN <sup>-</sup>
Carbonat, Oxalat	CO <sub>3</sub> <sup>2-</sup> , C <sub>2</sub> O <sub>4</sub> <sup>2-</sup>
Azid	N <sub>3</sub> <sup>-</sup>





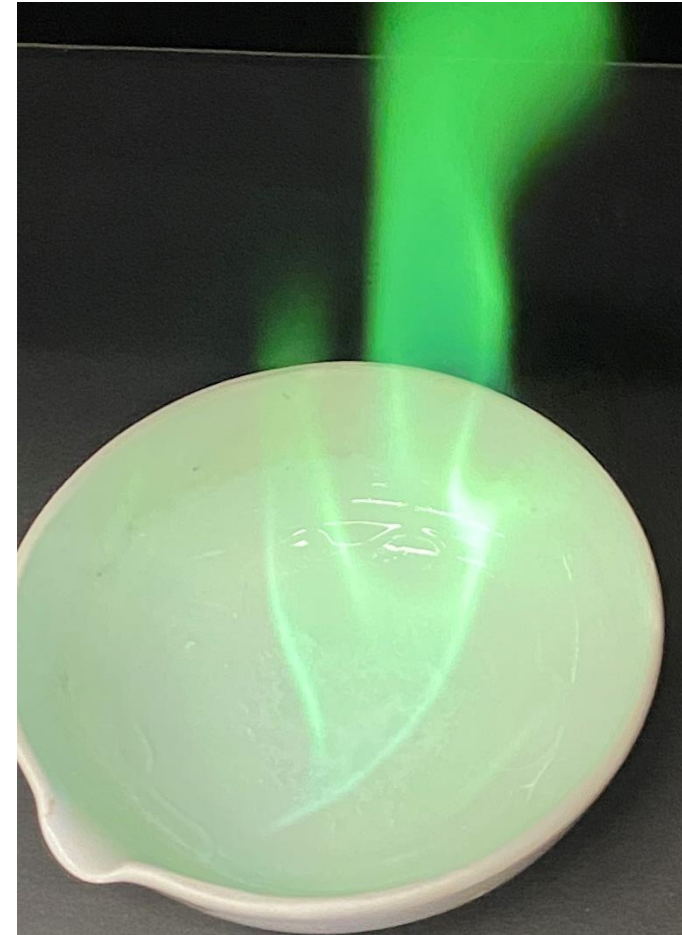
## Sodauszug:

1. Kationen werden in schwerlösliche Carbonate überführt (Ausnahme  $\text{Li}^+$ ,  $\text{Na}^+$ ,  $\text{K}^+$ ,  $\text{Rb}^+$ ,  $\text{Cs}^+$ ). Dies verhindert eine Störung bei den Anionenanalysen.
2. Anionen werden gelöst, dies ist die Voraussetzung für die Nachweise
3. Für den Sodauszug werden 2 Sp. der Ursubstanz mit dem 3- bis 5fachen an wasserfreiem  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  (Soda) vermischt und in 50 bis 100 mL dest. Wasser für 10 Minuten gekocht. Anschließend wird die Mischung filtriert. Das Filtrat (flüssiger Teil) wird nach dem Ansäuern auf Anionen geprüft.

## Nachweise aus der US:

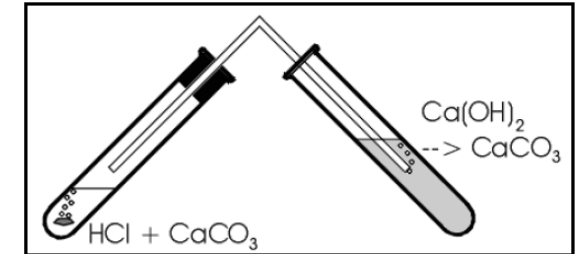
### Borat ( $\text{BO}_3^{3-}$ )

- Im Porzellantiegel 1 Spssp. US + 10 Tr. Methanol + einige Tr. konz.  $\text{H}_2\text{SO}_4$
- Nach der Reaktion wird das Gemisch erhitzt und die Dämpfe werden entzündet.
- Grüne Flamme = positiv
- Hintergrund: Bildung von Borsäuremethylester welcher mit grüner Flamme brennt.



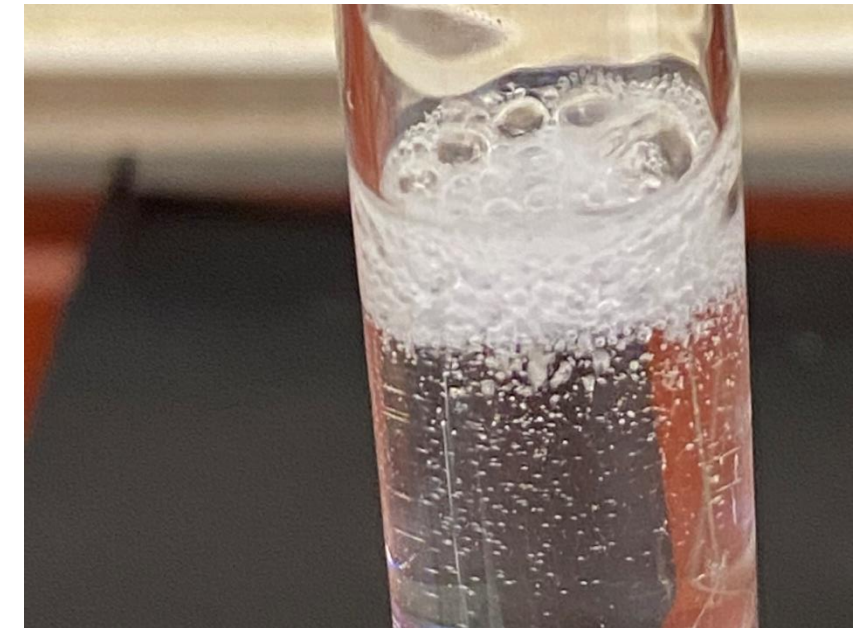
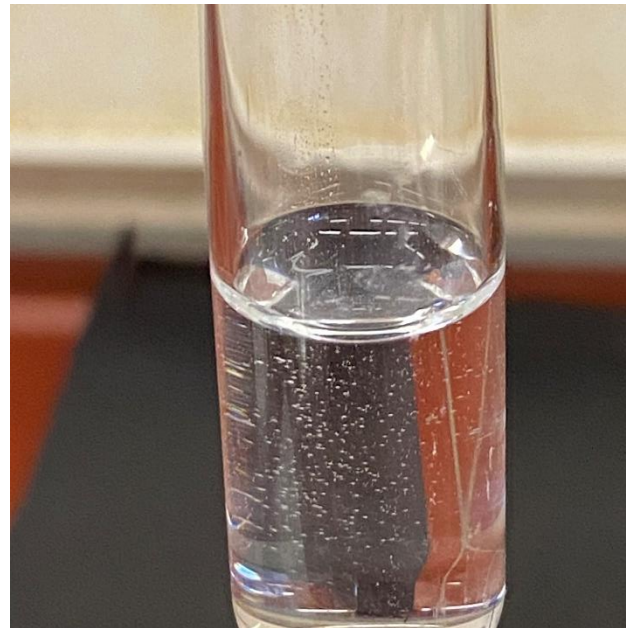
## Carbonat ( $\text{CO}_3^{2-}$ )

- Im Reagenzglas: 1 Spssp. US + 1 – 2 Tr. **verd. HAc\***
- Mischung erhitzen
- Die entstehenden Gase durch  $\text{Ba}(\text{OH})_2$  oder  $\text{Ca}(\text{OH})_2$  Lösung leiten



Oder

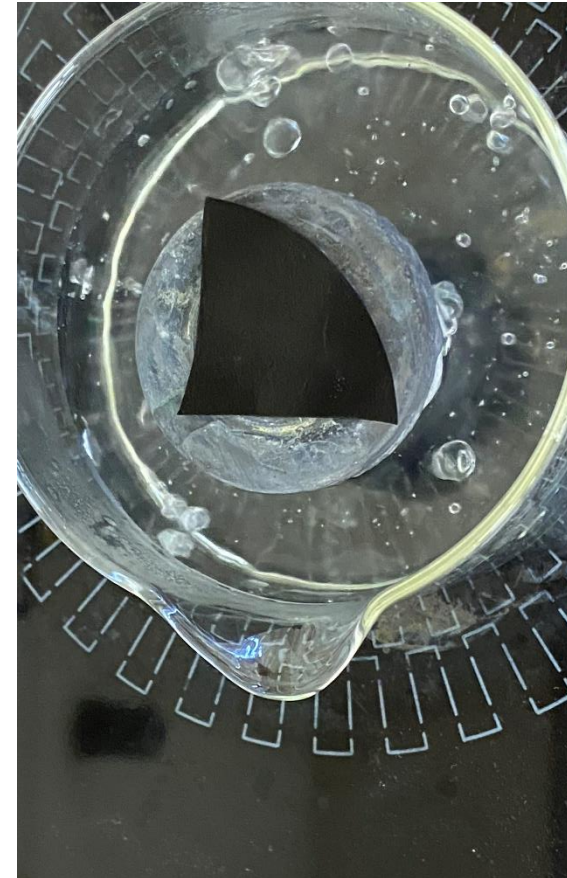
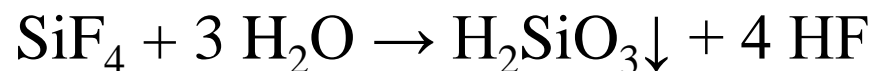
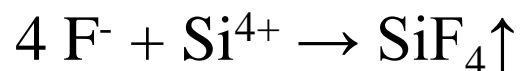
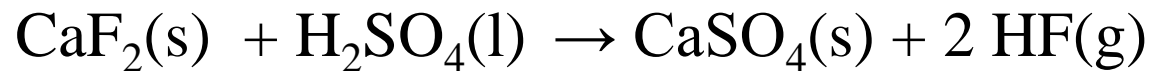
- Zugabe von verd.  $\text{HCl}$
- Bei Gasbildung: positiv



\* Bei reduzierenden Analyten könnte Chlorgas entstehen

## Silikat ( $\text{SiO}_3^{2-}$ )

- Im Bleitiegel: 1 Spssp. US + 1 Spssp.  $\text{CaF}_2$  + einige Tr. konz.  $\text{H}_2\text{SO}_4$  (es muss eine breiige/teigige Masse entstehen)
- Tiegel mit feuchtem schwarzem Filterpapier abdecken und vorsichtig im Wasserbad erhitzen.
- Bildet sich ein weißer Fleck auf dem Papier = positiv (Kieselsäure scheidet sich ab)
- Hintergrund:

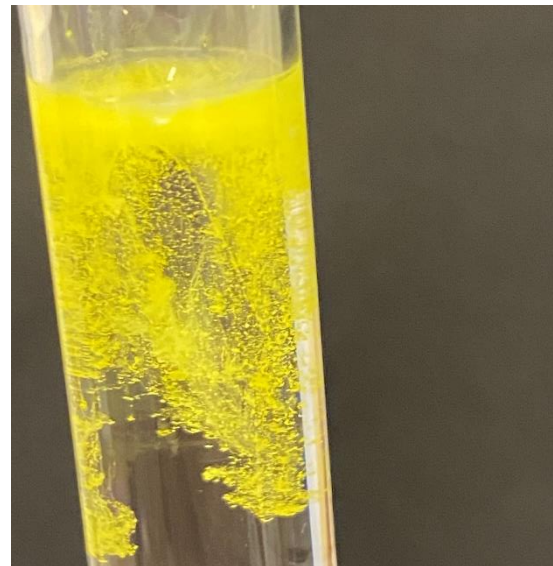


## Fluorid (F<sup>-</sup>) - Ätzprobe

- a. Im Bleitiegel: 1 Spsp. US + einige Tr. konz. H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>
- b. Tiegel mit Uhrglas abdecken und erwärmen
- c. Das Uhrglas wird angeätzt = positiv
- d. Hintergrund: Bildung von SiF<sub>4(g)</sub>

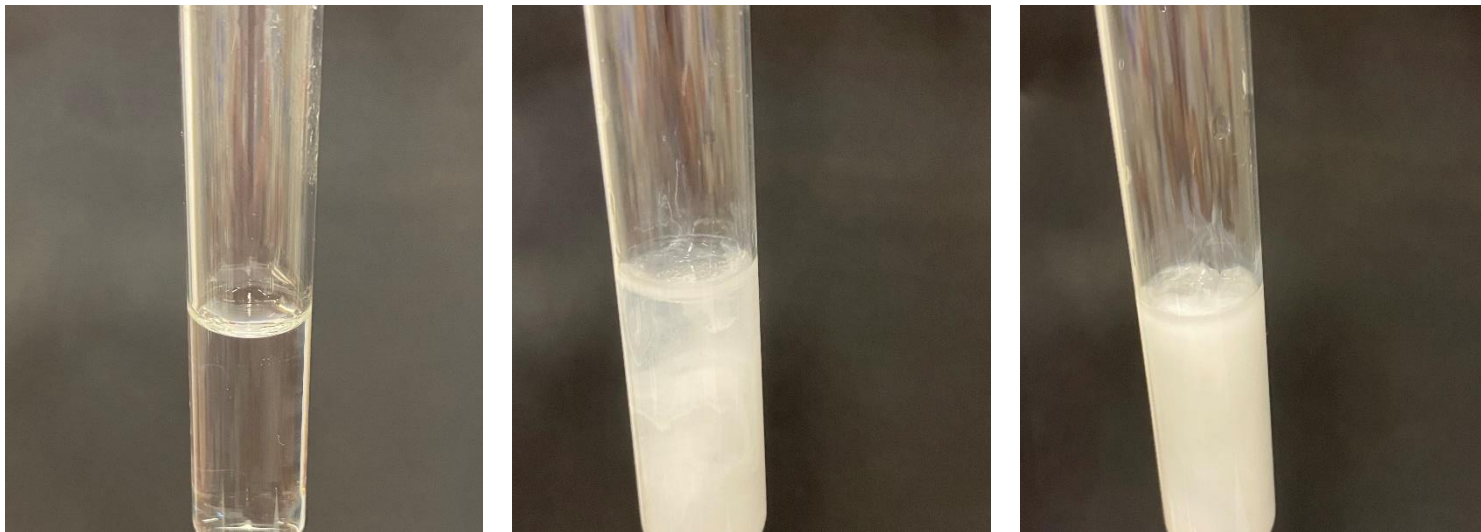
## Phosphat ( $\text{PO}_4^{3-}$ )

- Im Reagenzglas: 1 Spssp. SA + einige Tr. konz.  $\text{HNO}_3$  erhitzen
- Einige Tr. Ammoniummolybdat-Lsg. zugeben
- Gelber Niederschlag = positiv



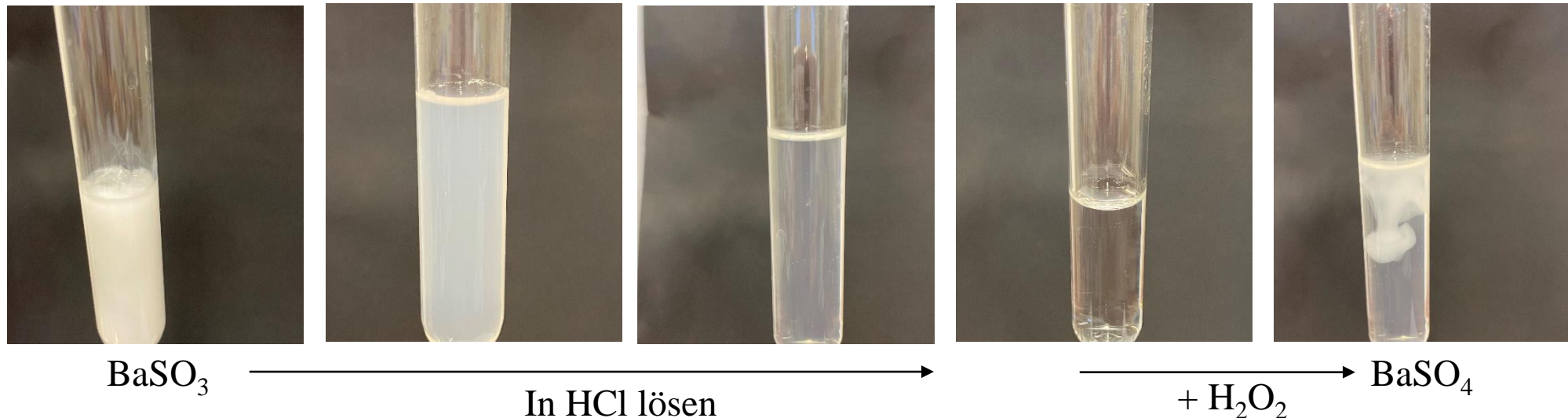
## Sulfat ( $\text{SO}_4^{2-}$ )

- Im Reagenzglas: Einige Tr. des Sodaauszugs (SA) + verd. HCl bis  $\text{pH} \approx 0$
- Tropfenweise Zugabe von  $\text{BaCl}_2$ -Lsg. (10%-ig)
- Bildung eines weißen Niederschlags, welcher sich nicht in verd. Mineralsäuren und konz.  $\text{HNO}_3$  löst.
- Hintergrund: Fällung von  $\text{BaSO}_4(\text{s})$



## Sulfit ( $\text{SO}_3^{2-}$ )

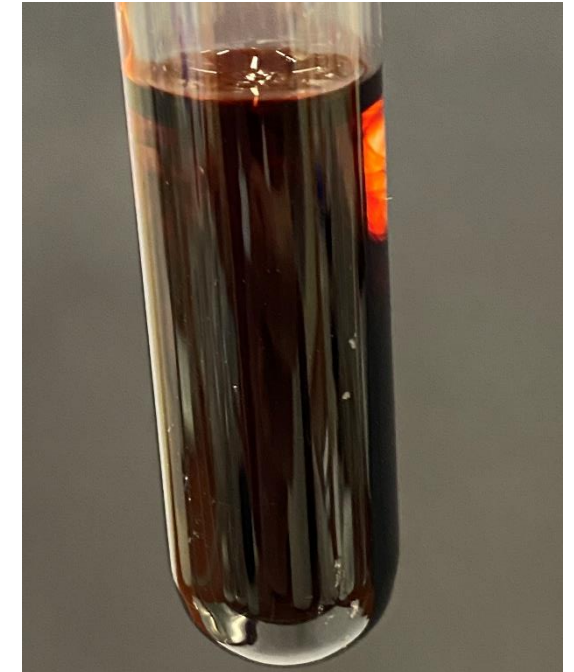
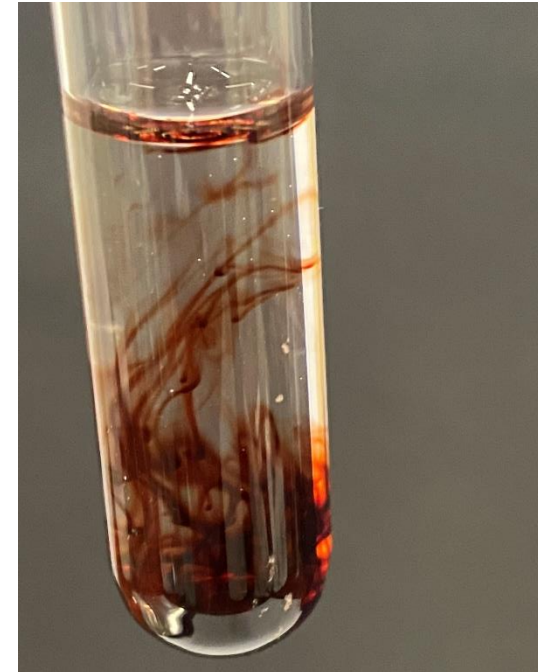
- Im Reagenzglas: Einige Tr. des Sodaauszugs (SA), pH-Wert auf 7 einstellen
- Tropfenweise Zugabe von  $\text{BaCl}_2$ -Lsg. (10%-ig)
- Bildung eines weißen Niederschlags, welcher in Säuren löslich ist.
- Zugabe von  $\text{H}_2\text{O}_2$
- Weißer Niederschlag, welcher sich nicht in verd. Mineralsäuren und konz.  $\text{HNO}_3$  löst
- Hintergrund: Fällung von  $\text{BaSO}_3(\text{s})$  dann Oxidation zu  $\text{BaSO}_4(\text{s})$





## Thiocyanat ( $\text{SCN}^-$ )

- Im Reagenzglas: Einige Tr. des Sodaauszugs (SA) + verd.  $\text{HNO}_3$  bis  $\text{pH} \approx 0$
- Tropfenweise Zugabe von  $\text{FeCl}_3$ -Lsg. (**FRISCH ZUBEREITET**)
- Blutrote Färbung = positiv
- Hintergrund: Fällung von  $\text{Fe}(\text{SCN})_3$



## Thiosulfat ( $S_2O_3^{2-}$ )

- Im Becherglas: Einige Tr. des Sodaauszugs (SA) + verd. HCl
- Lösung kochen
- Gelber Niederschlag = positiv
- Hintergrund: Bildung elementaren Schwefels



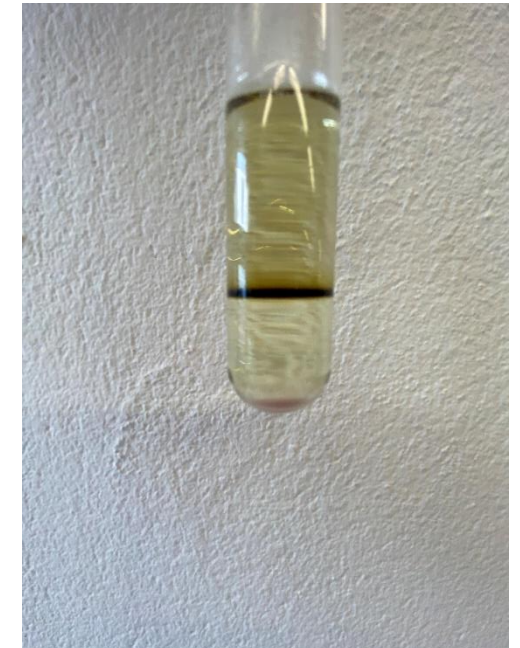
## Nitrat und Nitrit ( $\text{NO}_3^-$ , $\text{NO}_2^-$ )

**Nitrit stört den Nitratsnachweis, muss also entfernt werden!**

- Im Reagenzglas: Einige Tr. des SA + Harnstoff verkochen
- Bei Anwesenheit von Nitrit = Gasentwicklung;  $\text{N}_2 \uparrow$
- Anschließend können die Nitratsnachweise (Ringprobe und Lunges Reagenz) durchgeführt werden.

## Ringprobe

- Im Reagenzglas: Einige Tr. des SA + einige Tr. verd.  $\text{H}_2\text{SO}_4$
- 1-2 Körnchen  $\text{FeSO}_4$  zugeben
- Lösung mit konz.  $\text{H}_2\text{SO}_4$  unterschichten
- Bildung eines braunen Rings = positiv



## Lunges Reagenz

- Auf der Tüpfelplatte: Einige Tr. des SA\*  
Einige Tr. Lunges Reagenz  
(Sulfanilsäure in Eisessig gelöst und  $\alpha$ -Naphthylamin in Eisessig gelöst) zugeben.
- Zinkgranalie zugeben
- Rotfärbung = positiv

Sollte **kein** Nitrat vorhanden sein, muss die Probe noch auf Nitrit geprüft werden. Dazu nutzt man ebenfalls Lunges Reagenz, allerdings **ohne** Zinkgranalie

\* **Sehr wenig Substanz**



Nachweis mit Zinkgranalie

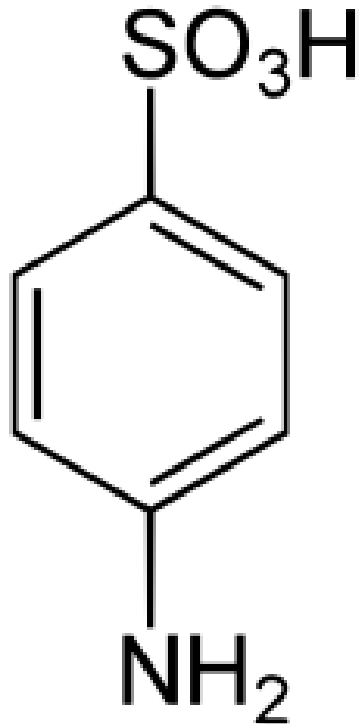
Negativ

Positiv

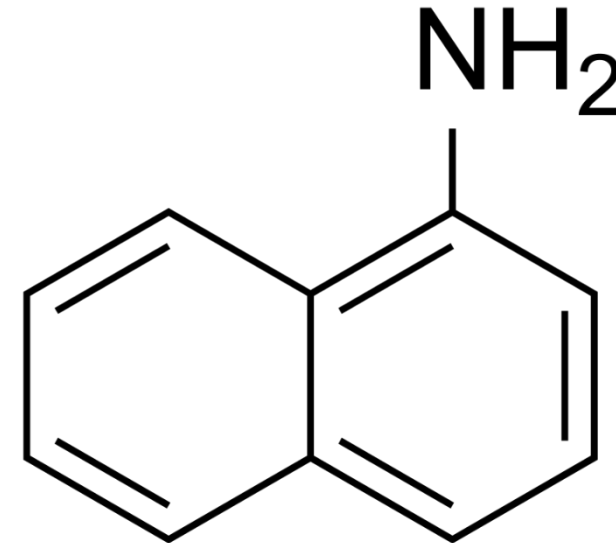


Nachweis ohne Zinkgranalie

## Sulfanilsäure



## $\alpha$ -Naphthylamin



### ACHTUNG!

Br<sup>-</sup> und I<sup>-</sup> stören die Nachweise auf Nitrat und Nitrit!

Lösung:

Probe lösen, leicht salzsauer einstellen, Spatel Ag<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> zugeben, abfiltrieren und Lösung auf Nitrat/Nitrit testen

## Chlorid, Bromid neben Iodid (Cl<sup>-</sup>, Br<sup>-</sup>, I<sup>-</sup>)

- a. Im Reagenzglas: Einige Tr. des SA + einige Tr. verd. HNO<sub>3</sub>
- b. Tropfenweise Zugabe von AgNO<sub>3</sub>-Lsg.
- c. Bildung eines weiß/gelben Niederschlags = positiv
- d. ACHTUNG! Chlorid, Bromid und Iodid fallen zusammen aus!
- e. Zur Bestimmung, welches Anion in der Substanz vorhanden ist, nutzt man die verschiedenen Löslichkeiten von AgCl, AgBr und AgI in NH<sub>3</sub> aus.
  - a. AgI löst sich nicht in NH<sub>3</sub>
  - b. AgBr löst sich in konz. NH<sub>3</sub>
  - c. AgCl löst sich bereits in verd. NH<sub>3</sub>

## Bromid neben Iodid (Br<sup>-</sup>, I<sup>-</sup>)

### **Alternativ: Extraktion mit Hexan in schwefelsaurer Lösung**

- US in H<sub>2</sub>O lösen + verd. H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>
- n-Hexan zugeben
- Chloramin zugeben und kräftig schütteln



Iodid

Bromid

## Iodat ( $\text{IO}_3^-$ )

### Bei Abwesenheit von Iodid

- Im Reagenzglas: Einige Tr. des SA + einige Tr. konz.  $\text{H}_2\text{SO}_4$  + Zinkgranalie
- Erhitzen
- Bildung violetter Dämpfe = positiv

### Bei Anwesenheit von Iodid

- Im Reagenzglas: Einige Tr. des SA + einige Tr. konz.  $\text{H}_2\text{SO}_4$
- Erhitzen
- Bildung violetter Dämpfe (Iodid vorhanden) → solange heizen bis keine Dämpfe mehr aufsteigen und die Lösung klar und farblos ist
- Keine Bildung violetter Dämpfe (kein Iodid (mehr) vorhanden) → s.o.

