

# Ratgeber: Qualitative Analyse

1. Ausgabe, Stand 12/2002

© 2002 by Johannes Huber

Dieser Ratgeber ist speziell für das qualitative Praktikum im ersten/zweiten Semester an der Uni Konstanz geschrieben und soll helfen, die 6 Analysen schnell zu erledigen. Dabei soll er nicht den JaBla ersetzen, sondern nur ergänzen und praktische Tipps geben, um Fehler zu vermeiden. Anmerkung: Alle Mengenangaben in [cm] beziehen sich auf die Füllhöhe im Reagenzglas!

## Die Ausrüstung:

Um während des Praktikums einigermaßen schnell voranzukommen, sollte man sich eine geeignete Ausrüstung zulegen. Den Permanentmarker gibt's im Schreibwarengeschäft, die Magnesiastäbchen/Rinnen im Chemikalienlager, den Rest im Glaslager:

- 1 Permanentmarker (z.B. Edding), um Reagenzgläser usw. zu beschriften
- 10 Magnesiastäbchen und 3 Magnesiarrinnen. Sind mit 50 Cent pro Stück zwar nicht billig, braucht man aber zum Spektroskopieren für Analysen 2, 5 und 6.
- 10 Tropfflaschen 50 ml (gibt's unter „Kunststoffwaren“ für 15 Cent pro Stück), die man mit folgenden Substanzen füllt (mit etwas Geschick braucht man dazu keinen Trichter!) und entsprechend beschriftet:
  1. HCl 3N
  2. HCl konz.
  3. HNO<sub>3</sub> 4N
  4. HNO<sub>3</sub> konz.
  5. H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 4N
  6. H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> konz.
  7. H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 30%
  8. NH<sub>3</sub> konz.
  9. NaOH 2N
  10. Thioacetamid 5%

Diese Flaschen schließt man nicht in den Laborschrank ein, sondern lässt sie auf dem Labortisch stehen, da sie ausdünsten und sich sonst auf allen Glasgeräten ein weißer Überzug niederschlagen würde.

- Eine Packung Reagenzgläser (100 Stück) sollte man vorrätig haben, wenn man nicht dauernd seine Arbeit durch Putzen unterbrechen will. Dabei muss man nicht die teuren Reagenzgläser kaufen, es reichen auch die sogenannten „Einmal-Gläser“, die mit 5 Cent pro Stück nur die Hälfte kosten. Diese unterscheiden sich von normalen Reagenzgläsern durch eine dickere Wand und haben ausserdem

keine Ausgussrundung am oberen Rand. Man kann sie aber problemlos erhitzen, wir hatten auch sonst keine Probleme damit.

- Eine halbe Packung Pasteur-Pipetten (125 Stück) ist sehr vorteilhaft. Man kauft am besten zu zweit eine Packung und teilt diese auf. Es gibt zwei Längen, 15 und 23 cm, die gleichviel kosten (3 Cent pro Stück). Im Prinzip ist es egal, welche man nimmt, jedoch haben sich die langen als besser erwiesen, da sie bis ganz unten in die Reagenzgläser reichen. Passend dazu kauft man sich mindestens zwei Gummihütchen. Dabei sollte man die Sorte aus Silikon nehmen, da die billigen nichts taugen (7 von 10 sind undicht!)
- Eine Haushaltsrolle („Kleenex-Rolle“, 55 Cent). Sehr nützlich, um verschüttete Chemikalien aufzuwischen, Glasgeräte abzutrocknen usw. Man stülpt die Rolle am Besten über das Stativgerüst am Arbeitsplatz, um bequem mit einer Hand Blätter davon abreißen zu können.
- Eine Reagenzglasbürste (15 mm Durchmesser, 40 Cent), um Reagenzgläser sauberzumachen. Geht übrigens am besten mit etwas Ata-Pulver, welches im Labor aussteht.
- Ein paar Korkstopfen (z.B. für die Marsh'sche Probe) und Gummistopfen (um Reagenzgläser effektiv schütteln zu können). Man nimmt die Größe 14/18 mm (5 Cent pro Stück), die auf normale Reagenzgläser passen.

---

## Die erste Analyse:

Kationen: keine

Anionen:  $\text{Cl}^-$ ,  $\text{Br}^-$ ,  $\text{J}^-$ ,  $\text{CO}_3^{2-}$ ,  $\text{NO}_3^-$ ,  $\text{PO}_4^{3-}$ ,  $\text{SO}_4^{2-}$

Die erste Analyse bekommt man in der Reibschale als Feststoff. In dieser Analyse sind nur die Anionen nachzuweisen, die sich bis auf Iodid, Chlorid und Bromid sehr einfach und zuverlässig nachweisen lassen. Als Kationen sind hier übrigens nur Alkali-Ionen drin (z.B.  $\text{Na}^+$ ,  $\text{K}^+$ ), das heisst, die Analyse ist gut wasserlöslich.

$\text{CO}_3^{2-}$ : eine Spatelspitze Analysensubstanz in eine Porzellanschale geben und ein Spritzer verdünnte Säure (z.B. 3N HCl) drauf. Wenn Carbonat drin ist, fängt es jetzt kräftig an zu schäumen. Wenn nichts schäumt, ist auch sicher kein Carbonat drin!

$\text{SO}_4^{2-}$ : Etwas Analysensubstanz im Reagenzglas mit Wasser auflösen und einen Spritzer Bariumchlorid hinzugeben. Wenn Sulfat drin ist, fällt jetzt weißes Bariumsulfat als Niederschlag aus, das sich in keiner Säure mehr auflösen lässt. (Wenn sich der Niederschlag wieder löst, war es nur Bariumphosphat)

$\text{PO}_4^{3-}$ : Etwas Analysensubstanz im Reagenzglas mit wenig Wasser auflösen, mit etwas 4N  $\text{HNO}_3$  ansäuern und einen ordentlichen Spritzer Zirkonylchlorid ( $\text{ZrOCl}_2$ ) hinzugeben. Wenn Phosphat drin ist, fällt jetzt ein voluminöser (=wolkig-matschiger) weißer Niederschlag aus, der sich auch in konzentrierten Säuren nicht mehr löst.

$\text{NO}_3^-$ : Etwas Analysensubstanz im Reagenzglas mit wenig Wasser auflösen, einige NaOH-Plätzchen hinzugeben, eine Spatelspitze (sparsam (!), sonst schäumt es aus

dem Reagenzglas) Devarda-Legierung hinzugeben und direkt an der Reagenzglasöffnung riechen. Wenn Nitrat drin ist, nimmt man einen deutlichen Ammoniak-Geruch wahr. Die Geruchsprobe ist hier am zuverlässigsten!

Cl<sup>-</sup>: Man gibt etwas Analysesubstanz in ein Reagenzglas und löst sie in Wasser auf. Nun gibt man einen Spritzer AgNO<sub>3</sub>-Lösung hinzu. Dabei fallen AgCl, AgBr und AgI aus. Dieser (weiße bis gelbliche) Niederschlag wird abzentrifugiert und in einem neuen Reagenzglas mit konz. NH<sub>4</sub>CO<sub>3</sub>-Lösung versetzt, wobei sich nur das AgCl löst. Man zentrifugiert wieder ab, gibt die überstehende Lösung in ein neues Reagenzglas und gibt 4N HNO<sub>3</sub> dazu. Wenn Cl<sup>-</sup> drin war, fällt jetzt weißes AgCl aus.

Br<sup>-</sup>, J<sup>-</sup>: Man führt zunächst eine Vorprobe durch: Dazu gibt man etwas Analysesubstanz in ein Reagenzglas, gibt einen Spritzer konz. Schwefelsäure hinzu und erhitzt das Reagenzglas in der Brennerflamme. (Abzug!) Wenn J<sup>-</sup> in der Analyse ist, steigen jetzt äußerst intensiv violett-farbene Dämpfe auf, bei Br<sup>-</sup> intensiv braune Dämpfe, die sich am oberen Reagenzglasrand als kleine Br-Tröpfchen niederschlagen können. Nun wendet man die Chlorwasser-Methode an: Man gibt etwas Analysesubstanz in ein Reagenzglas, löst sie mit ca. 3 cm Wasser und unterschichtet mit ca. 1 cm Dichlormethan. Nun gibt man tropfenweise Chlorwasser (steht aus) dazu und schüttelt immer wieder. Wenn J<sup>-</sup> und Br<sup>-</sup> drin ist, färbt sich die untere Phase (Dichlormethan) zuerst violett (Iod), später braun (Brom) und geht irgendwann ins Gelbliche über. (J<sup>-</sup> wird durch Chlorwasser zuerst reduziert, und erst wenn alles weg ist, kommt Br<sup>-</sup> dran! Das Dichlormethan braucht man, weil sich Iod darin violett&gut löst, in Wasser wäre es braun!)

---

## Die zweite Analyse:

Kationen: Li<sup>+</sup>, Na<sup>+</sup>, K<sup>+</sup>, NH<sub>4</sub><sup>+</sup>, Mg<sup>2+</sup>, Ca<sup>2+</sup>, Sr<sup>2+</sup>, Ba<sup>2+</sup>  
Anionen: Cl<sup>-</sup>, NO<sub>3</sub><sup>-</sup>, SO<sub>4</sub><sup>2-</sup>

### Spektroskopieren:

Vorbemerkung: Durch das Spektroskop schaut man ohne Schutzbrille (Brillenträger am besten auch ohne normale Brille), da man mit dem Auge nah an die Öffnung muss, weil man sonst nichts oder nur wenig sieht.

Man spannt das Handspektroskop in eine Stativklemme so ein, dass der blaue Bereich rechts und der Rote links ist. Nun stellt man es scharf, indem man den hinteren Teil des Spektroskops nach aussen zieht oder nach innen schiebt. Danach dreht man an dem Rad vorne am Spektroskop, so dass die gelbe Linie schmal, aber noch sichtbar ist.

Nachweisen lassen sich damit Lithium, Kalium, Calcium, Strontium und Barium. Da Natrium in Spuren immer in der Analyse enthalten ist, kann man nur anhand der Dauer der Gelbfärbung herausfinden, ob es absichtlich drin ist. Dazu verwendet man aber kein Spektroskop und kein Magnesiumpulver, sondern betrachtet die Flamme ohne Hilfsmittel.

Übrigens: Versuche, andere Ionen als Natrium ohne Spektroskop allein durch Betrachten der Flamme nachzuweisen, sind absolut sinnlos!

Wenn in der Analyse schwerlösliche Salze drin sind (z.B. BaSO<sub>4</sub>), vermischt man etwas Analysesubstanz (Suspension) auf der Tüpfelplatte etwa 1:1 mit Magnesium-

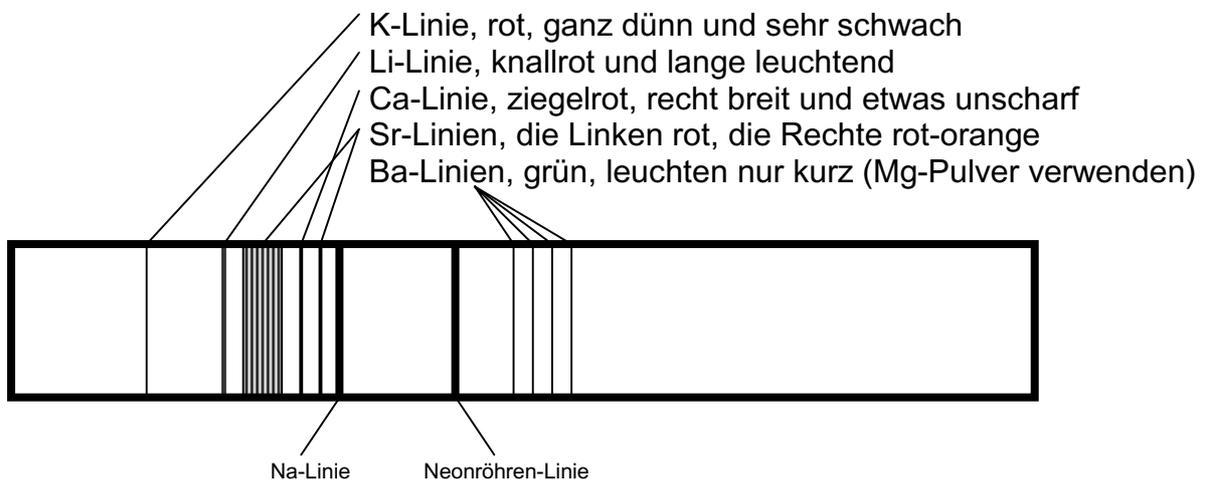
Pulver, so dass ein dickflüssiger Brei entsteht (eventuell schäumt es ein wenig, wenn die Analysensubstanz sauer ist, das stört aber nicht). Diesen Brei trägt man auf ein Magnesia-Stäbchen auf und hält ihn in die Flamme. Nach ein paar Sekunden entzündet sich das Magnesiumpulver und erzeugt Temperaturen, bei denen sogar Bariumsulfat verdampft. Dabei muss man schnell hinschauen, da das Magnesiumpulver nur sehr kurz brennt. Pro Portion Magnesiumpulver-Analysensubstanz-Brei konzentriert man sich deswegen am besten auf ein einzelnes Ion, z.B. Barium.

Zur Orientierung verwendet man die Na-Linie, die man immer sieht, sowie eine grüne Linie rechts von der Na-Linie, die durch das Licht der Neonröhren im Labor erzeugt wird (ohne Analysensubstanz in der Flamme sieht man genau diese zwei Linien!).

Die Spektraltafel im Jander-Blasius kann man getrost beiseite legen, viel besser sind Vergleichssubstanzen, die man griffbereit neben das Spektroskop stellt. Man verwendet z.B.  $\text{BaCl}_2$ ,  $\text{SrCl}_2$ ,  $\text{CaCl}_2$ ,  $\text{LiCl}$ ,  $\text{KCl}$ . Dabei ist folgendes zu beachten:

- Li erzeugt eine knallrot leuchtende scharfe Linie ca. 1 cm links von der Na-Linie, die ziemlich lange leuchtet. Dadurch lässt sich Lithium in allen 3 Analysen, in denen es drin sein kann, ausgezeichnet nachweisen.
- Sr erzeugt eine orange-farbene Linie ganz dicht links neben der Na-Linie, ausserdem mehrere mittelstark-leuchtende rote Linien zwischen der Na-Linie und der Li-Linie.
- Ca erzeugt zwei Linien: Hauptsächlich eine rote etwa in der Mitte zwischen Na- und Li-Linie, und eine schwächere grüne ganz dicht links neben der grünen Neonröhren-Linie.
- Barium erzeugt mehrere grüne Linien rechts von der grünen Neonröhren-Linie. Das tun in Analyse 5+6 leider auch andere Metalle, weshalb es sich dort nur schwer nachweisen lässt. In der 2. Analyse geht es aber recht gut. *Vorsicht: Reines Magnesiumpulver leuchtet auch schwach in diesem Bereich!*
- K soll zwei rote Linien erzeugen, tatsächlich sieht man aber nur die Rechte, eine sehr schwach leuchtende rote Linie in gutem Abstand links neben der Li-Linie, also ziemlich am linken Rand des Spektroskops. Eventuell sieht man diese Linie am besten, wenn man kein Magnesiumpulver verwendet.

So etwa sieht das dann aus:



NH<sub>4</sub><sup>+</sup>: Lässt sich mit Natronlauge nachweisen: Etwas Analysensubstanz in ein Reagenzglas geben, einige NaOH-Plätzchen und wenig (ein Spritzer reicht) Wasser dazu, schütteln und direkt an der Öffnung riechen. Wenn NH<sub>4</sub><sup>+</sup> drin ist, nimmt man einen deutlichen Ammoniak-Geruch wahr. Man kann statt dem Riechen auch angefeuchtetes Indikatorpapier in das Reagenzglas halten, die Geruchsprobe ist jedoch im Allgemeinen zuverlässiger.

*Vorsicht: Angefeuchtetes Indikatorpapier färbt sich auch durch das NaOH-Aerosol (=flüchtige, kleine Tröpfchen Natronlauge) blau, welches u.a. mit Devardalegierung oder auch beim reinen Auflösen von NaOH gern entsteht.*

Mg<sup>2+</sup>: Ein paar Tropfen Analysensubstanz (falls ein Bodensatz vorhanden ist, nur die überstehende Lösung verwenden!) auf die Tüpfelplatte, ein paar Tropfen Chinalizarin dazu und dann 2M-NaOH drauf. Wenn Mg<sup>2+</sup> drin ist, entsteht ein blauer Farblack. *Vorsicht: Blau wird die Probe auch ohne Mg, es kommt auf den Farblack (=blaue, flockartige Flocken) an!*

#### Anionen:

**Sulfat:** Einen Spritzer Analysensubstanz mit Wasser verdünnen und BaCl<sub>2</sub>-Lösung dazu: Weißer Niederschlag bedeutet Sulfat. Ausserdem: Wenn ein unlöslicher Bodensatz in der Analyse ist, ist auf jeden Fall Sulfat drin! (=BaSO<sub>4</sub>, SrSO<sub>4</sub>, oder CaSO<sub>4</sub>)

**Nitrat:** Einen Spritzer Analysensubstanz in ein Reagenzglas, etwas Wasser, ein paar NaOH-Plätzchen und wenig Devarda-Legierung dazu. NH<sub>3</sub>-Geruch (direkt an der Reagenzglas-Öffnung riechen!) bedeutet Nitrat. Ist der zuverlässigste Nitrat-Nachweis.

*Vorsicht: Falls zusätzlich NH<sub>4</sub><sup>+</sup> in der Analyse ist, muss dieses zuerst verkocht werden! Dazu gibt man etwas Analysensubstanz in ein Reagenzglas, ca. 1-2 cm NaOH-Plätzchen drauf und ca. 2-3 cm Wasser dazu. Man schüttelt ein wenig und kocht mehrere Minuten lang (dabei entweicht alles NH<sub>4</sub><sup>+</sup> als NH<sub>3</sub>; das NO<sub>3</sub><sup>-</sup> bleibt drin), so dass kein Ammoniak-Geruch mehr wahrzunehmen ist, wenn man am Reagenzglas riecht. Man lässt das Reagenzglas abkühlen, gibt eine Spatelspitze Devarda-Legierung dazu und riecht direkt an der Reagenzglasöffnung. Wenn NO<sub>3</sub><sup>-</sup> drin ist, nimmt man jetzt einen deutlichen Ammoniak-Geruch wahr!*

**Chlorid:** Einen Spritzer Analysensubstanz in ein Reagenzglas, mit etwas Wasser verdünnen und Silbernitrat-Lösung dazu: Ein weißer Niederschlag bedeutet Chlorid.

---

### **Die dritte Analyse:**

Kationen: Ag<sup>+</sup>, Hg<sup>1/2+</sup>, Pb<sup>2/4+</sup>, Bi<sup>3+</sup>, Cu<sup>+/2+</sup>, Cd<sup>2+</sup>, As<sup>3+/5+</sup>, Sb<sup>3+/5+</sup>, Sn<sup>2/4+</sup>  
Anionen: Cl<sup>-</sup>, NO<sub>3</sub><sup>-</sup>, SO<sub>4</sub><sup>2-</sup>

Hier kann man schon mal einige Ionen auch ohne Trennungsgang nachweisen:

Cu<sup>1/2+</sup>: Wenn die Analysenlösung (überstehende Lösung, falls Bodensatz) blau ist, kann man davon ausgehen, dass Kupfer drin ist. (Cu<sup>1+</sup> ist zwar nicht blau, kommt aber wegen seiner geringen Stabilität auch nicht in die Analyse rein). Zusätzlich kann man einen Spritzer Analysensubstanz mit konz. Ammoniak versetzen, schütteln und abzentrifugieren. Dabei entsteht der tiefblaue [Cu(NH<sub>3</sub>)<sub>4</sub>]<sup>2+</sup>-Komplex in der überstehenden Lösung. Umgekehrt kann man sagen, dass kein Kupfer drin ist, wenn die Analysenlösung farblos ist.

Ag<sup>+</sup>: Lässt sich mit Chlorid (z.B. NaCl, HCl) aus der Ursubstanz fällen, dabei entsteht ein weißer Niederschlag (AgCl). Wenn sowieso schon Chlorid in der Analyse drin ist, kann man das Silberchlorid mit Ammoniak rausholen: Man gibt Analysensubstanz in ein Reagenzglas, gibt ordentlich NH<sub>3</sub> dazu und schüttelt. Dabei geht AgCl als [Ag(NH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>]<sup>+</sup> in Lösung. Man zentrifugiert ab und säuert die überstehende Lösung wieder mit konz. HCl an, wobei das Silberchlorid wieder als weißer Niederschlag ausfällt.

Pb<sup>2+</sup>: Man gibt einen Spritzer Analysenlösung in ein Reagenzglas und gibt Kaliumchromat dazu. Wenn Pb<sup>2+</sup> vorhanden ist, fällt gelbes Bleichromat aus (*Vorsicht: Quecksilberchromat ist auch gelb-orange!*). Blei findet man aber leicht im Trennungsgang.

Hg<sup>2+</sup>: Man gibt einen Spritzer Analysenlösung (überstehende Lösung, falls Bodensatz) in ein Reagenzglas und versetzt sie langsam mit Kaliumjodid. Wenn Quecksilber drin ist, fällt leuchtend rotes Quecksilberjodid aus, das sich bei weiterer Zugabe von Kaliumjodid wieder auflöst. Ausserdem kann man etwas Analysenlösung (überstehende Lösung, falls Bodensatz) auf eine saubere und fettfreie 1/2/5-Cent-Münze geben, ein paar Minuten warten und abwaschen. Quecksilber sollte sich jetzt als silbrig-glänzender, metallischer Belag auf der Münze abgeschieden haben. Geht aber nur, wenn viel Quecksilber drin ist, meistens wird die Münze nur leicht schwarz.

Bi<sup>3+</sup>: Hat man einen matschig-weißen, voluminösen Bodensatz (BiO(OH)) in der Analyse, oder fällt ein solcher beim bloßen Verdünnen der Analysenlösung mit Wasser aus, kann man schon mal auf Bismut tippen. Es lässt sich recht zuverlässig direkt aus der Ursubstanz nachweisen: Man besorgt ein Filterpapier, knickt es in der Mitte zu einer flachen Rinne und legt es schräg auf ein Becherglas oder in die Reibschale, so dass der Falz schräg nach unten geneigt ist. In den oberen Teil des Knicks gibt man etwas festes NaF und tropft darauf etwas Analysensubstanz. In den unteren Teil des Knicks gibt man etwas Thioharnstoff. Jetzt träufelt man 4N HNO<sub>3</sub> langsam auf das NaF. Diese läuft in der Mitte auf dem Filterpapier herunter. Sobald sie den Thioharnstoff erreicht, entsteht eine sehr schön sichtbare Gelbfärbung, falls Bismut in der Analyse enthalten ist.

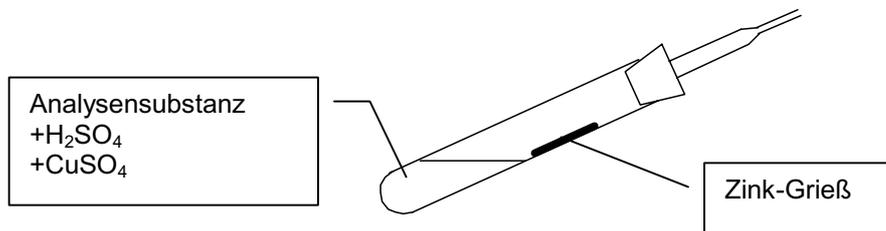
Sn<sup>2/4+</sup>: Lässt sich mit der Leuchtprobe nachweisen: Man gibt etwas Analysensubstanz in einen Tiegel, eine Spatelspitze Zinkstaub und einen guten Spritzer 2N HCl dazu. Dabei entsteht naszierender Wasserstoff, der alles Sn<sup>4+</sup> zu Sn<sup>2+</sup> zu reduziert. Nun füllt man ein Reagenzglas mit kaltem Wasser (Eiswasser ist nicht notwendig), taucht es zuerst in die brodelnde Brühe und hält es dann in die

Brennerflamme, am besten so, dass sich der Reagenzglasboden knapp über dem inneren Kegel der Flamme befindet. Wenn Zinn in der Analyse enthalten ist, sieht man ein schwaches, aber schön blaues Leuchten als flackernder „Saum“ ganz nah am Reagenzglas (*Vorsicht: Nicht mit der blauen Brennerflamme verwechseln!*). Meistens muss man ein paar mal probieren, bis man es sieht. Ist aber ein eindeutiger Nachweis für Zinn.

### Die Marsh'sche Probe:

Ein sehr lustiger Versuch, der je nach Rezept häufig explodiert (=durch die Gegend spritzt oder den Stopfen gegen die Wand schießt). Man kann damit aber sehr schön Arsen und Antimon nachweisen. Hier eine Anleitung, mit der es klappen sollte: Man gibt einen Sprizer Analysensubstanz (Suspension, falls Bodensatz) in ein Reagenzglas, gibt ca. 1,5 cm verdünnte und ca. 1,5 cm konz. Schwefelsäure ( $H_2SO_4$ ) darauf. Dazu gibt man einen ordentlichen Spritzer Kupfersulfat-Lösung als Katalysator. Das Ganze schüttelt man und (ganz wichtig!) kühlt das Reagenzglas unter fließendem Wasser möglichst kalt.

Nun spannt man das Reagenzglas unter dem Abzug schräg in eine Stativklemme ein und gibt vorsichtig drei oder vier Spatel Zink-Gries (nicht Zinkstaub!) auf die schräge Reagenzglas-Innenwand, möglichst nah über die Flüssigkeit. Nun setzt man den durchbohrten Stopfen (Korkstopfen 14-17 mm aus dem Glaslager für 5 Cent, Korkbohrer gibt's bei Robin in der Analysenausgabe) mit hineingesteckter Pasteur-Pipette auf das Reagenzglas und hält eine saubere und trockene Porzellan-Schale (ein Tiegel tuts auch) sowie ein Feuerzeug bereit.



Jetzt rüttelt man ein paar mal an dem Stativ, so dass die Säure über das Zinkpulver schwappet. Der Reagenzglasinhalt fängt nun an zu brodeln und schäumen, und man versucht sofort, das oben austretende Gas (=hauptsächlich  $H_2$  mit etwas  $AsH_3/SbH_3$ ) anzuzünden. Sobald dies gelungen ist, hält man die Porzellanschale in die Flamme, am besten dicht an die Öffnung der Pasteur-Pipette. Wenn Arsen oder Antimon in der Analyse ist, scheidet sich ein schwarz-glänzender Niederschlag (=elementares Arsen und/oder Antimon) auf der weißen Schale ab. Man versucht, möglichst viel von dem Niederschlag mit der Porzellanschale aufzufangen. Übrigens kann man die Schale problemlos mit der Hand in die Flamme halten, man benötigt keine Tiegelzange. Ausserdem schlägt die Flamme beim Anzünden entgegen der Meinung einiger Assistenten praktisch nie in das Reagenzglas zurück.

Da sich während der Marsh'schen Probe der Reagenzglas-Inhalt erhitzt, fängt er irgendwann an zu kochen und spritzt zur Pasteur-Pipette raus. Deswegen sollte man die Pasteur-Pipette auf die Rückwand des Abzugs richten, da sich diese leicht putzen lässt. Weiterhin sollte man versuchen, dass die Pampe aus dem Reagenzglas nicht über den schwarzen Niederschlag auf der Porzellanschale spritzt, also rechtzeitig wegziehen!

Unterscheiden von Arsen/Antimon: Man mischt verdünntes  $\text{H}_2\text{O}_2$  (so ca. 1:1 mit Wasser) mit etwas Ammoniak und gießt es über den schwarzen Niederschlag auf der Porzellanschale. Arsen löst sich dabei sofort (so in 1-2 Sekunden) auf, Antimon nicht. Wenn sich der Niederschlag nicht auflöst, ist zwar sicher Antimon drin, über das Arsen weiß man dann jedoch nichts.

### Der Trennungsgang:

Jetzt sollte man den im JaBla (bzw. Poster aus dem JaBla) beschriebenen Trennungsgang für die Salzsäuregruppe und Schwefelwasserstoffgruppe durchführen, da der bei dieser Analyse recht gut funktioniert und ausserdem mindestens für den Cadmium-Nachweis benötigt wird:

- Man gibt eine gut gefüllte Pasteur-Pipette Analysesubstanz (Suspension, falls Niederschlag vorhanden!) in ein Reagenzglas und säuert mit einem Spritzer 4N  $\text{HNO}_3$  an. Eventuell erwärmen und schütteln, so dass sich möglichst alles löst. Jetzt gibt man 2M  $\text{HCl}$  dazu. Wenn nicht schon Chlorid in der Analyse drin ist, fällt jetzt Silberchlorid aus (Das  $\text{Pb}^{2+}$  bleibt meistens drin, und  $\text{Hg}^{1+}$  ist sowieso nicht in der Analyse, weil es zu instabil wäre). Das zentrifugiert man ab und gibt die überstehende Lösung in ein Reagenzglas.
- Nun gibt man eine Pasteur-Pipette voll Thioacetamid-Lösung (steht aus) dazu und erhitzt das Reagenzglas ein paar Minuten im heissen Wasserbad. Man kann das Reagenzglas aber auch problemlos vorsichtig in der Brennerflamme erhitzen. Dabei fallen alle Ionen als Sulfide aus. Man zentrifugiert den (meist schwarzen) Niederschlag ab, schüttet die überstehende Lösung weg und wäscht den Niederschlag mehrmals mit Destwasser, um überschüssiges Thioacetamid zu entfernen (jeweils Destwasser dazu, schütteln, abzentrifugieren und Wasser wegschütten).
- Diesen Niederschlag muss man jetzt digerieren, das heisst, Arsensulfid, Antimonsulfid und Zinnsulfid wieder herauslösen. Man gibt dazu einen Spritzer (sparsam!) Ammoniumpolysulfid ( $(\text{NH}_4)_2\text{S}_x$ ) zu dem Niederschlag, zwei Zentimeter Wasser, erwärmt vorsichtig und schüttelt einige Minuten lang.
- Dieses Gemisch zentrifugiert man ab. Die überstehende Lösung ( $\text{AsS}_4^{3-}$ ,  $\text{SbS}_4^{3-}$ ,  $\text{SnS}_3^{2-}$ ) bezeichnet man als Arsengruppe und gibt diese in ein neues Reagenzglas, das man beschriftet, um es später wiederzufinden. Den übriggebliebenen Niederschlag ( $\text{HgS}$ ,  $\text{PbS}$ ,  $\text{Bi}_2\text{S}_3$ ,  $\text{CuS}$ ,  $\text{CdS}$ ) bezeichnet man als Kupfergruppe und wäscht ihn einige Male mit Destwasser (siehe oben).
- Nun gibt man zu diesem gewaschenen Niederschlag (Kupfergruppe) ca. 3 cm 4N  $\text{HNO}_3$ , erwärmt vorsichtig (lauwarm), schüttelt wieder so ca. eine Minute und zentrifugiert ab. Dabei bleibt  $\text{HgS}$  übrig, der Rest geht wieder in Lösung.
- Man zentrifugiert das  $\text{HgS}$  ab und gibt die überstehende Lösung in eine saubere Porzellanschale, gibt einen guten Spritzer konz.  $\text{H}_2\text{SO}_4$  dazu und dampft diese Mischung mit dem Brenner ein (Abzug!). Sobald die ganze  $\text{HNO}_3$  verdampft ist, fängt die Schwefelsäure an zu sieden (sieht man an den dichten weißen Dämpfen, die dabei aufsteigen). Man dampft so lange weiter ein, bis fast nichts mehr von der Säure übrig ist (aber nicht alles eindampfen, weil sich der Rest sonst nur noch schlecht löst!). Dabei fallen weiße Kristalle von Bleisulfat aus. Man verdünnt den Rest wieder mit Destwasser (ca. 5-8 fache Menge), so dass eine ca. 2 N schwefelsaure Lösung entsteht.

- Das Bleisulfat zentrifugiert man ab und gibt zur überstehenden Lösung ca. 3 cm  $\text{NH}_3$ -Lösung hinzu (*Vorsicht: wird heiss!*). Bismut fällt jetzt als voluminöser Niederschlag aus. Gleichzeitig wird die Lösung, sofern Kupfer drin ist, intensiv blau (Je nach Menge  $\text{Cu}^{2+}$  halt etwas blauer als sonst...)
- Den Bismut-Niederschlag zentrifugiert man ab und gibt zur überstehenden Lösung etwas KCN-Lösung, so dass die Blaufärbung verschwindet (Das Kupfer ist jetzt gut komplexiert und kann nicht mehr als Sulfid gefällt werden).
- Zur jetzt farblosen Lösung gibt man einen Spritzer Thioacetamid und stellt das Reagenzglas einige Minuten ins heisse Wasserbad (oder erhitzt kurz mit dem Brenner). Wenn man sauber gearbeitet hat und  $\text{Cd}^{2+}$  drin ist, fällt jetzt ein leuchtend gelber Niederschlag aus.
- In das Reagenzglas mit der Arsengruppe gibt man nun einige cm. konz. HCl hinzu, zentrifugiert den Niederschlag ab und gibt ihn in ein neues Reagenzglas. Zur überstehenden Lösung gibt man einen Eisennagel, an dem sich nun schwarze Antimon-Flocken abscheiden, falls Antimon drin ist.

Zinn und Arsen lassen sich in der Arsengruppe oft nicht mehr gut nachweisen, das macht man besser aus der Ursubstanz ( Leuchtprobe/Mars'sche Probe). Wenn man es doch versucht, muss man darauf achten, dass gelb/grau-schwarze Niederschläge auch aus verunreinigtem elementarem Schwefel bestehen können, der beim Auflösen von Sulfiden entstehen kann!

### Anionen:

Man gibt jeweils einen Spritzer Analysensubstanz in ein Reagenzglas und...

...gibt Bariumchlorid hinzu: Weißer Niederschlag=Sulfat

...gibt Silbernitrat hinzu: Weißer Niederschlag=Chlorid

...gibt eine Spatelspitze (sparsam!) Devarda-Legierung hinzu, einige NaOH-Plätzchen drauf, schüttelt und riecht dran: Ammoniak-Geruch=Nitrat

*Vorsicht: Wenn Arsen oder Antimon in der Analyse drin ist (vorher Mars'sche Probe machen), sollte man auf die Geruchsprobe verzichten, da dabei äußerst giftiger Arsenwasserstoff entstehen kann!!! Stattdessen hält man ein angefeuchtetes Indikatorpapier in das Reagenzglas und prüft, ob es gleichmäßig blau wird.*

---

### **Die vierte Analyse:**

Kationen:  $\text{Co}^{2+}$ ,  $\text{Ni}^{2+}$ ,  $\text{Fe}^{2/3+}$ ,  $\text{Mn}^{2/4/7+}$ ,  $\text{Al}^{3+}$ ,  $\text{Cr}^{3/6+}$ ,  $\text{Zn}^{2+}$ ,  $\text{Ti}^{4+}$

Anionen:  $\text{Cl}^-$ ,  $\text{NO}_3^-$ ,  $\text{SO}_4^{2-}$

Sehr schöne Analyse, die man meistens auch ohne Trennungsgang schnell durchführen kann. Ausserdem kann hier kein Bodensatz drin sein, da sich alle Nitrate/Chloride/Sulfate der darin enthaltenen Kationen gut lösen.

$\text{Co}^{2+}$ : Man gibt einen Spritzer Analysensubstanz in ein Reagenzglas, verdünnt mit etwas Wasser und gibt einen Spatel festes Natriumfluorid dazu, um eventuell

vorhandenes Eisen zu maskieren. Nun gibt man einen Spatel festes  $\text{NH}_4\text{SCN}$  dazu und überschichtet mit ca. 1 cm Amylalkohol (=Pentanol). Jetzt schüttelt man kräftig und wartet, bis sich die zwei Phasen wieder entmischt haben. Wenn Cobalt in der Analyse drin ist, ist die obere Phase richtig schön blau gefärbt.

$\text{Ni}^{2+}$ : Kann man mit Dimethylglyoxim nachweisen: Man gibt einen Tropfen Analysensubstanz auf die Tüpfelplatte, einen Spritzer Dimethylglyoxim dazu und dann 2M NaOH dazu. Wenn Nickel drin ist, entsteht ein roter Farblack. Ein Problem ist, dass Eisen und Titan diesen Nachweis mit einem braunen Niederschlag stören, man sieht den roten Farblack aber manchmal trotzdem, wenn man genug Dimethylglyoxim dazugibt.

$\text{Fe}^{2+/3+}$ : Man gibt etwas Analysensubstanz in ein Reagenzglas, verdünnt mit Wasser und gibt am besten etwas festes  $\text{NH}_4\text{SCN}$  dazu. Wenn  $\text{Fe}^{3+}$  drin ist, färbt sich der Reagenzglasinhalt jetzt tiefrot. Dieser Nachweis funktioniert eigentlich nur mit  $\text{Fe}^{3+}$ ; da  $\text{Fe}^{2+}$  aber sehr leicht zu  $\text{Fe}^{3+}$  oxidiert, geht er praktisch genauso gut mit  $\text{Fe}^{2+}$ .

$\text{Mn}^{2/4/7+}$ : Lässt sich sehr schön mit Bleidioxid ( $\text{PbO}_2$ ) nachweisen: Man gibt einen Spritzer Analysensubstanz in ein Reagenzglas (nicht verdünnen!), und gibt gehörig (schon so ca. 2 Spatel voll) Bleidioxid dazu. Nun gibt man ca. 4 cm konz.  $\text{HNO}_3$  dazu, schüttelt und kocht diese Pampe mindestens 3 Minuten lang. Wenn Mangan drin ist, ist jetzt tiefviolettes Permanganat entstanden, das man trotz dem vielen schwarzen Bleidioxid erkennen kann. Ansonsten kann man das Bleidioxid auch abzentrifugieren, und es bleibt eine tiefviolette Lösung übrig.

$\text{Cr}^{3+}$ : Kann man mit der Phosphorsalzperle nachweisen. Dazu gibt man eine Portion Phosphorsalz ( $\text{NaNH}_4\text{HPO}_4$ ) am besten auf ein Uhrglas, erhitzt ein (sauberes!) Magnesiastäbchen in der Brennerflamme und taucht es in das Phosphorsalz. Dabei bleibt etwas davon kleben, welches man wieder in der Brennerflamme erhitzt. Man erhitzt es so lange, bis es nicht mehr brodelt und wiederholt den Vorgang ein paar Mal, um eine ordentlich große Perle hinzukriegen. Dann taucht man die Perle in die Analysensubstanz oder träufelt sie mit einer Pasteur-Pipette drauf, hält sie wieder in die Flamme und dreht hin und her, so dass sich die Analysensubstanz gut mit dem geschmolzenen Phosphorsalz vermischt. Anschließend lässt man die Perle vollständig auskühlen, wobei sie eventuell ihre Farbe ändert. Wenn die Perle in kaltem Zustand dunkelgrün (Jabla: „smaraggrün“) ist, ist Chrom in der Analyse enthalten. Andernfalls kann die Perle auch farblos, grau, blau (=Cobalt), oder sonstwie sein.

Übrigens: Laut Jabla erzielt man unterschiedliche Färbungen, je nach dem, ob man die Perle in die Oxidationsflamme oder in die Reduktionsflamme hält. In der Praxis ist das aber ziemlich egal, weil die Phosphorsalzperle sowieso nur für Chrom und Cobalt taugt.

$\text{Al}^{3+}$  und  $\text{Zn}^{2+}$ : Hier nutzt man aus, dass Aluminium und Zink amphoter (=auch in Laugen löslich) sind. Man gibt einen Spritzer (hier dürfen es auch mal zwei sein) Analysensubstanz in ein Reagenzglas und füllt ca. 2 cm mit KOH-Plätzchen (kein NaOH, da dieses mit Morin auch fluoresziert!) auf. Dazu gibt man ca. 3 cm Wasser und schüttelt so lange, bis sich das ganze NaOH gelöst hat (wird dabei richtig heiss). Dabei fallen alle Ionen bis auf  $\text{Zn}^{2+}$  und  $\text{Al}^{3+}$  als Hydroxide aus. Dieses Gemisch zentrifugiert man ab und wirft den Niederschlag weg.

Alu: Von der überstehenden Lösung, die jetzt nur noch  $[\text{Zn}(\text{OH})_4]^{2-}$  und  $[\text{Al}(\text{OH})_4]^-$  enthält, gibt man etwas auf ein Uhrglas und gibt einen Spritzer Morin dazu. Unter der UV-Lampe gibt man langsam konz. Essigsäure dazu. Wenn Alu in der Analyse drin ist, fluoresziert die Lösung jetzt neongrün. *Vorsicht:  $\text{Zn}^{2+}$  leuchtet auch schwach mit Morin, aber längst nicht so stark wie Alu. Vergleichsprobe machen!*

Zink: Um Zink nachzuweisen, gibt man einen weiteren Teil der überstehenden Lösung in ein Reagenzglas, verdünnt und gibt etwas Thioacetamid dazu und erhitzt, z.B. in der Brennerflamme. Wenn Zink drin ist, fällt dieses jetzt als weißes Zinksulfid aus (Alu nicht!), eventuell noch mit leicht braunen Verunreinigungen.

Ti<sup>4+</sup>: Man gibt einen Spritzer Analysensubstanz in ein Reagenzglas und gibt einen Spritzer konz. Phosphorsäure ( $\text{H}_3\text{PO}_4$ ) hinzu, um Eisen zu maskieren. Dabei entfärbt sich die Lösung, falls sie vorher leicht gelb war. Jetzt gibt man einen Spritzer  $\text{H}_2\text{O}_2$  dazu. Wenn  $\text{Ti}^{4+}$  drin ist, färbt sich die Lösung dabei schön gelb-orange.

### Anionen:

Die Anionen lassen sich bei dieser Analyse wieder denkbar einfach nachweisen: Man gibt jeweils ein einen Spritzer Analysensubstanz in ein Reagenzglas, verdünnt mit etwas Wasser und...

...gibt Bariumchlorid hinzu: Weißer Niederschlag=Sulfat

...gibt Silbernitrat hinzu: Weißer Niederschlag=Chlorid

...gibt eine Spatelspitze (sparsam!) Devarda-Legierung hinzu, einige NaOH-Plätzchen drauf, schüttelt und riecht dran: Ammoniak-Geruch=Nitrat

---

## Die 5. Analyse:

Kationen:  $\text{Li}^+$ ,  $\text{Na}^+$ ,  $\text{K}^+$ ,  $\text{NH}_4^+$ ,  $\text{Mg}^{2+}$ ,  $\text{Ca}^{2+}$ ,  $\text{Sr}^{2+}$ ,  $\text{Ba}^{2+}$ ,  $\text{Ag}^+$ ,  $\text{Hg}^{1/2+}$ ,  $\text{Pb}^{2/4+}$ ,  $\text{Bi}^{3+}$ ,  
 $\text{Cu}^{+/2+}$ ,  $\text{Cd}^{2+}$ ,  $\text{As}^{3+/5+}$ ,  $\text{Sb}^{3+/5+}$ ,  $\text{Sn}^{2/4+}$ ,  $\text{Co}^{2+}$ ,  $\text{Ni}^{2+}$ ,  $\text{Fe}^{2/3+}$ ,  $\text{Mn}^{2/4/7+}$ ,  $\text{Al}^{3+}$ ,  
 $\text{Cr}^{3/6+}$ ,  $\text{Zn}^{2+}$ ,  $\text{Ti}^{4+}$

Anionen:  $\text{Cl}^-$ ,  $\text{NO}_3^-$ ,  $\text{SO}_4^{2-}$ ,  $\text{PO}_4^{3-}$

Ist praktisch die 2. bis 4. Analyse gemischt, kann zusätzlich noch Phosphat enthalten. Gewöhnlich sind dieser Analyse ca. 10-15 Kationen drin, meistens auch Chlorid, Nitrat und Sulfat, seltener Phosphat. Im Prinzip gehen die meisten oben beschriebenen Nachweise auch aus der Ursubstanz, jedoch kann jetzt natürlich viel mehr stören, das heisst, man muss ein bißchen nachdenken und kombinieren. Man sollte spätestens hier mal versuchen, den Trennungsgang für die gemeinsame Fällung (steht im Jabla) anzuwenden. Den alkalischen Sturz macht man übrigens am besten in einem ausreichend großen Becherglas, weil dabei ziemlich viel Schaum entsteht!

Phosphat lässt sich mit Zirkonylchlorid nachweisen: Man gibt einen Spritzer Analysensubstanz (Suspension, falls Bodensatz) in ein Reagenzglas, gibt etwas

konz.  $\text{HNO}_3$  und konz.  $\text{HCl}$  dazu, erwärmt, schüttelt (dabei lösen sich alle Phosphate auf), und zentrifugiert ab. Jetzt gibt man einen gehörigen Spritzer Zirkonylchlorid hinzu. Wenn ein voluminöser (=wolkig-weißer) Niederschlag ausfällt, ist Phosphat vorhanden. (Zirkonylphosphat ist auch in Königswasser beständig).

Diese Nachweise funktionieren meistens aus der Ursubstanz:

- Flammenfärbung für Li, Na, K, Ca, Sr, Ba (siehe 2. Analyse)
- Silber mit  $\text{BaCl}_2$  fällen oder mit  $\text{NH}_3$  extrahieren (siehe 3. Analyse)
- Zinn mit der Leuchtprobe (siehe 3. Analyse)
- Bismut mit  $\text{NaF}$  und Thioharnstoff (siehe 3. Analyse)
- Arsen/Antimon mit der Mars'schen Probe (siehe 3. Analyse). *Vorsicht: Aus irgendeinem Grund kommt bei der 5. Analyse häufig das Antimon nicht raus! Deswegen unbedingt im Trennungsgang die Reduktion mit einem Eisennagel durchführen!*
- Mangan-Nachweis mit Bleidioxid (siehe 4. Analyse)
- Cobalt mit  $\text{NaF}$  und  $\text{SCN}^-$  (siehe 4. Analyse)
- Titan mit  $\text{H}_3\text{PO}_4$  und  $\text{H}_2\text{O}_2$  (siehe 4. Analyse)
- Alu mit Morin oder Thenards-Blau, vorher mit  $\text{KOH}$  extrahieren (siehe 4. Analyse)
- Eisen mit  $\text{NH}_4\text{SCN}$  (siehe 4. Analyse)

Diese Nachweise funktionieren manchmal aus der Ursubstanz:

- Quecksilber mit Jodid oder Münze (siehe 3. Analyse)
- Kupfer anhand der Blaufärbung der Lösung, diese kann jetzt aber natürlich auch grün-schwarz sein (wegen  $\text{Cr}^{3+}$ ,  $\text{Ni}^{2+}$ , etc.), ansonsten blauer Komplex im Trennungsgang (siehe 3. Analyse)
- Nickel-Nachweis mit Dimethylglyoxim (siehe 4. Analyse)
- Chrom als grüne Phosphorsalzperle ( $\text{NH}_4\text{NaHPO}_4$ ) (4. Analyse)

Die anderen Ionen:

- Zink: Es gibt praktisch keinen gut funktionierenden Nachweis dafür, man kann höchstens mal versuchen, es mit  $\text{KOH}$  rauszuholen (siehe 4. Analyse), und dann als Sulfid zu fällen oder als Rinmann's Grün nachzuweisen (geht aber meistens nicht). Ist einer der Kandidaten, die man mehr oder weniger raten muss.
  - Blei findet man recht gut im Trennungsgang. ( $\text{H}_2\text{S}$ -Gruppe, siehe 3. Analyse)
  - Cadmium: Findet man im Trennungsgang, man muss aber sehr sauber arbeiten (=Niederschläge mehrmals mit Wasser waschen+zentrifugieren und nicht verschleppen, auch nicht einzelne Körnchen!), weil es ja am Schluss als gelbes Cadmiumsulfid ausfallen soll. Manchmal ist aber so wenig drin, dass man nicht weiß, ob der braune Niederschlag nun gelb sein soll, oder ob es bloß Verunreinigungen sind. Im Idealfall entsteht ein satt-gelber Niederschlag, der sich nach einiger Zeit am Boden des Reagenzglases absetzt.
-

## Die 6. Analyse:

Kationen:  $\text{Li}^+$ ,  $\text{Na}^+$ ,  $\text{K}^+$ ,  $\text{NH}_4^+$ ,  $\text{Mg}^{2+}$ ,  $\text{Ca}^{2+}$ ,  $\text{Sr}^{2+}$ ,  $\text{Ba}^{2+}$ ,  $\text{Ag}^+$ ,  $\text{Hg}^{1/2+}$ ,  $\text{Pb}^{2/4+}$ ,  $\text{Bi}^{3+}$ ,  
 $\text{Cu}^{+2+}$ ,  $\text{Cd}^{2+}$ ,  $\text{As}^{3+/5+}$ ,  $\text{Sb}^{3+/5+}$ ,  $\text{Sn}^{2/4+}$ ,  $\text{Co}^{2+}$ ,  $\text{Ni}^{2+}$ ,  $\text{Fe}^{2/3+}$ ,  $\text{Mn}^{2/4/7+}$ ,  $\text{Al}^{3+}$ ,  
 $\text{Cr}^{3/6+}$ ,  $\text{Zn}^{2+}$ ,  $\text{Ti}^{4+}$

Anionen:  $\text{Cl}^-$ ,  $\text{NO}_3^-$ ,  $\text{SO}_4^{2-}$ ,  $\text{PO}_4^{3-}$ ,  $\text{MoO}_4^{2-}$ ,  $\text{WO}_4^{2-}$ ,  $\text{VO}_4^{3-}$

Diese Analyse bekommt man als Feststoffgemisch. Darin können nun manche Ionen auch als hochgeglühte Oxide drin sein, die auch im konzentriertesten Königswasser unlöslich sind. Ausserdem können zusätzlich noch Molybdat ( $\text{MoO}_4^{2-}$ ), Wolframat ( $\text{WO}_4^{2-}$ ) und Vanadat ( $\text{VO}_4^{3-}$ ) drin sein (Das sind wohlgermerkt Anionen!).

Priziipiell funktionieren aber die gleichen Nachweise wie bei der 5. Analyse auch aus der Ursubstanz (einschließlich Spektroskopie), man muss einige Ionen eventuell erst „aufschließen“. Dabei können aber nur folgende schwerlösliche Ionen drin sein:

- Zinndioxid ( $\text{SnO}_2$ ) hochgeglüht ( Freiburger Aufschluss, dann Leuchtprobe)
- Titandioxid ( $\text{TiO}_2$ ) hochgeglüht ( Saurer Aufschluss, dann mit  $\text{H}_2\text{O}_2$ )
- Aluminiumoxid ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) hochgeglüht ( Soda-Pottasche-Aufschluss, dann Morin)
- Eisenoxid ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ) hochgeglüht ( Saurer Aufschluss, dann  $\text{NH}_4\text{SCN}$ )  
Übrigens ist es gar nicht schlecht, wenn das Eisen in hochgeglühter Form drin ist, dann stört es wenigstens nicht überall.

Um die schwerlöslichen Ionen zu isolieren, kocht man einige Zeit mit Königswasser, zentrifugiert ab und wirft die überstehende Lösung weg. Dadurch ist gewährleistet, dass man wirklich nur noch die schwerlöslichen Verbindungen übrig hat. Danach führt man den entsprechenden Aufschluss und die Nachweisreaktion durch.

### Die neuen Anionen:

Molybdat: Sodauszug anfertigen (=Analysensubstanz mit Natriumcarbonat+Wasser mischen, schütteln und abzentrifugieren. Dabei bleiben fast alle Kationen als Carbonat im Niederschlag hängen und werden durch  $\text{Na}^+$  ersetzt), in eine Porzellanschale geben und konz.  $\text{H}_2\text{SO}_4$  im Überschuss dazugeben. (Bis es nicht mehr schäumt, dann noch einen Spritzer). Jetzt unter dem Abzug solange eindampfen, bis praktisch die ganze Schwefelsäure abgeraucht ist. Falls Molybdat drin ist, ist der Rückstand dunkelblau gefärbt (Molybdänblau). Dieser Nachweis funktioniert zwar in der Gegenprobe ganz hervorragend, manchmal findet man damit jedoch kein Molybdat in der Analyse, obwohl welches drin ist. Trotzdem ist er immer noch der beste Molybdän-Nachweis.

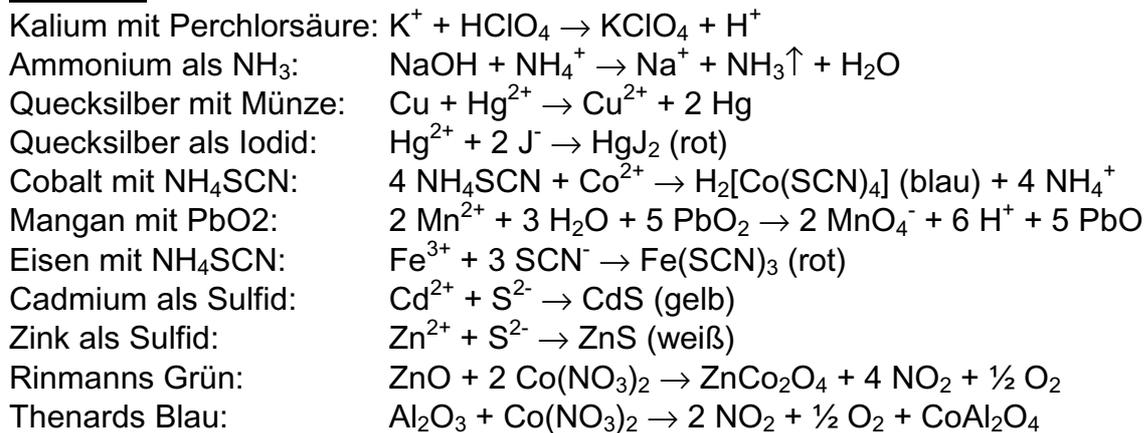
Vanadat: Phosphorsalzperle anfertigen (siehe 4. Analyse). Im Unterschied zu Chrom färbt Vanadium die Phosphorsalzperle charakteristisch leuchtend hellgrün, Chrom dunkelgrün. Wenn die Perle hellgrün ist, kann aber trotzdem Chrom drin sein! Angeblich kann man Vanadium auch mit  $\text{NH}_4\text{SCN}$  nachweisen (Violett färbung), jedoch verhält sich Eisen ähnlich.

Wolframat: Hierfür gibt es keinen funktionierenden Nachweis. Im JaBla ist einer mit Zinn-(II)-chlorid beschrieben, dieser hat jedoch auch in der Gegenprobe nie funktioniert. Ansonsten: Raten!

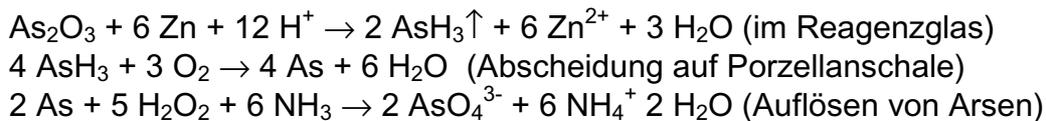
## Das Laborjournal:

Da die meisten Assistenten besonderen Wert auf ein sauber geführtes Laborjournal legen, bekommt man es nach der Abgabe manchmal unkorrigiert zurück, weil die Reaktionsgleichungen der Nachweise fehlen oder der Assistent sonst was auszusetzen hat. Aus diesem Grund sind hier vorgefertigte Reaktionsgleichungen direkt zum Abschreiben aufgeführt:

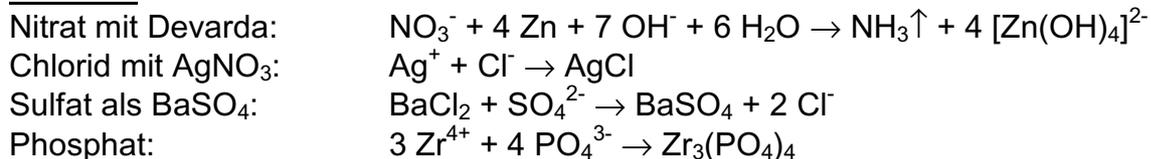
### Kationen:



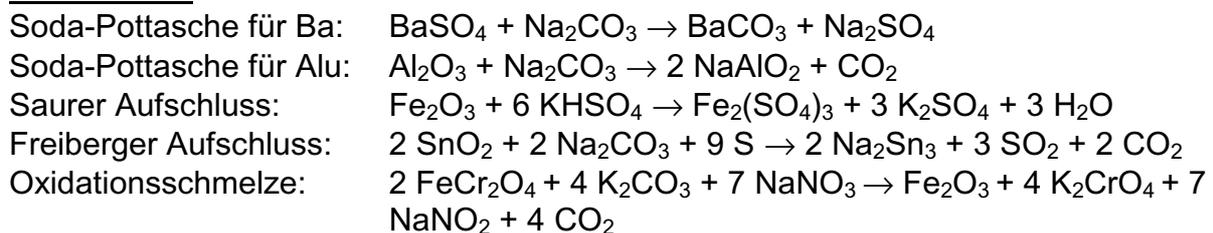
### *Marsh'sche Probe:*



### Anionen:



### Aufschlüsse:



---

## Haftungsausschluss:

Der Autor dieses Ratgebers übernimmt keinerlei Haftung für Schäden, die durch Anwendung der hier genannten Trenn- und Nachweismethoden und Tipps entstanden sind. Weiterhin besteht kein Anspruch auf Vollständigkeit und Richtigkeit der hier gemachten Angaben, jegliche Haftungsansprüche werden abgelehnt. Anregungen, Lob und Kritik nehme ich unter [Johannes@hubersoft.net](mailto:Johannes@hubersoft.net) gerne entgegen.

**Labor-Notizzettel:**

**1. Analyse:**

Anion:	Ganz sicher	Rel. sicher	Nicht sicher	Versuche / Beobachtungen
Cl <sup>-</sup>				
Br <sup>-</sup>				
J <sup>-</sup>				
CO <sub>3</sub> <sup>2-</sup>				
NO <sub>3</sub> <sup>-</sup>				
PO <sub>4</sub> <sup>3-</sup>				
SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup>				

**2. Analyse:**

Kation:	Ganz sicher	Rel. sicher	Nicht sicher	Versuche / Beobachtungen
Li <sup>+</sup>				
K <sup>+</sup>				
Na <sup>+</sup>				
NH <sub>4</sub> <sup>+</sup>				
Mg <sup>2+</sup>				
Ca <sup>2+</sup>				
Sr <sup>2+</sup>				
Ba <sup>2+</sup>				
Anion:	Ganz sicher	Rel. sicher	Nicht sicher	Versuche / Beobachtungen
Cl <sup>-</sup>				
NO <sub>3</sub> <sup>-</sup>				
SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup>				

### 3. Analyse:

Kation:	Ganz sicher	Rel. sicher	Nicht sicher	Versuche / Beobachtungen
Ag <sup>+</sup>				
Hg <sup>1/2+</sup>				
Pb <sup>2/4+</sup>				
Bi <sup>3+</sup>				
Cu <sup>1/2+</sup>				
Cd <sup>2+</sup>				
As <sup>3+</sup>				
Sb <sup>3/5+</sup>				
Sn <sup>2/4+</sup>				
Anion:	Ganz sicher	Rel. sicher	Nicht sicher	Versuche / Beobachtungen
Cl <sup>-</sup>				
NO <sub>3</sub> <sup>-</sup>				
SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup>				

### 4. Analyse:

Kation:	Ganz sicher	Rel. sicher	Nicht sicher	Versuche / Beobachtungen
Co <sup>2+</sup>				
Ni <sup>2+</sup>				
Fe <sup>2/3+</sup>				
Mn <sup>2/4+</sup>				
Al <sup>3+</sup>				
Cr <sup>3/6+</sup>				
Zn <sup>2+</sup>				
Ti <sup>4+</sup>				
Anion:	Ganz sicher	Rel. sicher	Nicht sicher	Versuche / Beobachtungen
Cl <sup>-</sup>				
NO <sub>3</sub> <sup>-</sup>				
SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup>				

## 5. Analyse:

Kation:	Ganz sicher	Rel. sicher	Nicht sicher	Versuche / Beobachtungen
Li <sup>+</sup>				
K <sup>+</sup>				
Na <sup>+</sup>				
NH <sub>4</sub> <sup>+</sup>				
Mg <sup>2+</sup>				
Ca <sup>2+</sup>				
Sr <sup>2+</sup>				
Ba <sup>2+</sup>				
Ag <sup>+</sup>				
Hg <sup>1/2+</sup>				
Pb <sup>2/4+</sup>				
Bi <sup>3+</sup>				
Cu <sup>1/2+</sup>				
Cd <sup>2+</sup>				
As <sup>3+</sup>				
Sb <sup>3/5+</sup>				
Sn <sup>2/4+</sup>				
Co <sup>2+</sup>				
Ni <sup>2+</sup>				
Fe <sup>2/3+</sup>				
Mn <sup>2/4+</sup>				
Al <sup>3+</sup>				
Cr <sup>3/6+</sup>				
Zn <sup>2+</sup>				
Ti <sup>4+</sup>				
Anion:	Ganz sicher	Rel. sicher	Nicht sicher	Versuche / Beobachtungen
Cl <sup>-</sup>				
NO <sub>3</sub> <sup>-</sup>				
SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup>				
PO <sub>4</sub> <sup>3-</sup>				

## 6. Analyse:

Kation:	Ganz sicher	Rel. sicher	Nicht sicher	Versuche / Beobachtungen
Li <sup>+</sup>				
K <sup>+</sup>				
Na <sup>+</sup>				
NH <sub>4</sub> <sup>+</sup>				
Mg <sup>2+</sup>				
Ca <sup>2+</sup>				
Sr <sup>2+</sup>				
Ba <sup>2+</sup>				
Ag <sup>+</sup>				
Hg <sup>1/2+</sup>				
Pb <sup>2/4+</sup>				
Bi <sup>3+</sup>				
Cu <sup>1/2+</sup>				
Cd <sup>2+</sup>				
As <sup>3+</sup>				
Sb <sup>3/5+</sup>				
Sn <sup>2/4+</sup>				
Co <sup>2+</sup>				
Ni <sup>2+</sup>				
Fe <sup>2/3+</sup>				
Mn <sup>2/4+</sup>				
Al <sup>3+</sup>				
Cr <sup>3/6+</sup>				
Zn <sup>2+</sup>				
Ti <sup>4+</sup>				
Anion:	Ganz sicher	Rel. sicher	Nicht sicher	Versuche / Beobachtungen
Cl <sup>-</sup>				
NO <sub>3</sub> <sup>-</sup>				
SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup>				
PO <sub>4</sub> <sup>3-</sup>				
MoO <sub>4</sub> <sup>-</sup>				
WO <sub>4</sub> <sup>2-</sup>				
VO <sub>4</sub> <sup>3-</sup>				