

HCl - Gruppe

Silber, Blei, Quecksilber (hier nur Hg₂²⁺)

Silber

:

- eventuell Flitter in Boraxperle
- mit einem Überschuss an Cl⁻ Ionen Komplexbildung
- AgCl: Komplexbildung mit NH₃
- in bisherigen Analysen

AgNO₃ → weiß (durch abgammeln grau)

V1: Nachweis als AgCl

Blei:

- in bisherigen Analysen

PbCl₂ → weiß

PbSO₄ → weiß (schwerlöslich; Komplexbildung in konz. H₂SO₄)

Pb(NO₃)₂ → weiß

PbO → rot (in der Hitze gelb)

PbO₂ → schwarz (schwerlöslich)

PbCrO₄ → gelb

V1: Nachweis aus H₂S-Fällung (s. Jander Blasius), falls kein HCl-Trennungsgang gemacht wurde

V2: Den H₂S-Auszug der Ursubstanz abkühlen, mit verd. H₂SO₄ versetzen, dann mit H₂O

weiter verdünnen → weißer Niederschlag PbSO₄

Niederschlag in ammoniakalischer Tartratlösung lösen und CrO₄²⁻/HAc-Lösung zugeben

→ gelber Niederschlag PbCrO₄

Quecksilber (allgemein):

- giftig
- Hg₂²⁺-Ionen immer doppelmoleküle, leichte Disproportionierung
- Hg₂²⁺-Salze eher schwerlöslich
- Hg²⁺-Salze eher leichtlöslich
- Glühröhrchen:
 - Sublimat (HgS in der Hitze rot/Kälte gelb; Sublimation!)
grauer
 - verreiben mit Soda; erhitzen → Metallspiegel
- in bisherigen Analysen

HgO → gelb/rot

HgI₂ → rot

HgCl₂ → weiß

Hg₂Cl₂ → weiß

HNO₃-Auszug der Ursubstanz wird tropfenweise mit konz. NaOH (im Überschuss)

V1: versetzt.

Gelbes HgO (im Säuren schwerlöslich) fällt aus.

V2: HNO₃-Auszug der Ursubstanz wird tropfenweise mit einer SnCl₄-Lösung versetzt.

Weißes Hg₂Cl₂ fällt aus. → wird mit der Zeit grau/schwarz (Disproportionierung)

H₂S - Gruppe

(Blei, Quecksilber) Kupfer, Cadmium, Bismut, Arsen, Antimon, Zinn

Trennungsgang lohnt sich!

Cu-Gruppe: Cu²⁺, Pb²⁺

Bismut:

- Vorsicht bei großem Bi₂O₃-Überschuss kann die Oxidationsschmelze gelb sein
- H₂S-Fällung:
 - braun
 - in bisherigen Analysen
 - Bi₂O₃ → gelb/ocker
 - NaBiO₃ → gelb
 - BiONO₃ → weiß/farblos

V1: Den HNO₃-Auszug stark verdünnen, einen Tropfen mit Oxin auf eine Tüpfelpalette geben, einen KI-Kristall zugeben → um den Kristall entsteht eine orange-hellrote Färbung

◦ schwarzer Niederschlag bei großem Überschuss an Sb³⁺, Pb²⁺, Hg²⁺,
Störung: Ag⁺

◦ K₂S₂O₅-Zugabe verhindert I₂-Bildung durch Fe³⁺/Cu²⁺

Kupfer:

- [Cu(H₂O)₆]²⁺ bläulich
- [Cu(NH₃)₄]²⁺ blau (NH₃-Auszug; Vorsicht: Ni²⁺ ist hellblau)
- H₂S-Fällung schwarz
- in bisherigen Analysen
 - CuSO₄ → weiß-blau (je nach Wassergehalt)
 - CuBr → weiß/farblos
 - CuO → schwarz
 - "CuCO₃" → (?grün-blau?)
 - Cu → rot

V1: Beilsteinprobe

Cadmium):

- giftig
- H₂S-Fällung verdünnen
- Glühröhrchen:
 - Ursubstanz und Oxalat erhitzen → Metallspiegel
 - Me und S erhitzen → Ring in der Hitze rot/Kälte gelb; keine Sublimation!
- in bisherigen Analysen
 - CdO → rot
 - CdSO₄ → weiß

H₂S - Gruppe (2)

As-Sn-Gruppe:

Arsen

⋮

- giftig
- Sublimation der Salze
- H₂S-Fällung gelb
- in bisherigen Analysen



V1: Marsh-Probe:

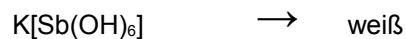
In einen Stopfen ein Loch bohren und eine Pasteurpipettedurchschieben. Diesen Aufbau auf ein großes Reagenzglas setzen.

Im Reagenzglas: Ursubstanz und Zn⁺ und wenig CuSO₄ und konz. HCl zueinander geben. Schnell schließen und das ausströmende Gas anzünden (kann erst H₂ sein; brennt mit blauer Flamme) und eine kalte Porzellanschale darüber halten. Es schlägt sich ein Metallspiegel nieder, der sich schnell mit NH₃/H₂O₂-Mischung löst.

- Störung: Sb

Antimon:

- Sublimation der Salze
- H₂S-Fällung orange
- in bisherigen Analysen



V1: Marsh-Probe:

s. Arsen

- Metallspeigel löst sich langsam
- in Anwesenheit von As löst er sich trotzdem schnell
- Spiegel lösen, H₂O₂ verkochen und H₂S in Lösung einleiten, die Farben der Sulfide unterscheiden sich gut

V2: Den HCl-Auszug verdünnen und einen Fe-Nagel hineinlegen

→ schwarzer Niederschlag (dauert etwas)

- Störung: Bi, Ag, Hg, Cu

H₂S - Gruppe (3)

Zinn:

- H₂S-Fällung
 - in bisherigen Analysen
- | | |
|--------------------|--|
| SnS ₂ : | |
| gelb | |
| SnS: | |
| braun | |
-
- | | | |
|-------------------|---|---|
| SnCl ₂ | → | weiß |
| SnO ₂ | → | weiß (schwerlöslich/Freiburger Aufschluß) |
| Sn | → | metallisch |

V1: Leuchtprobe

Ursubstanz und Zn und konz. HCl lange stehenlassen. Ein Reagenzglas mit H₂O oder auf ein großes Reagenzglas setzen.

KMnO₄-Lösung füllen und in Eisbad kühlen. Reagenzglas in einem dunklen Raum in die Lösung tauchen und in die Flamme halten.

→ blaue Lumineszenz (Sn)

Urotropin - Gruppe

Eisen, Chrom, Aluminium, Zirkonium, Vanadium, Wolfram, Phosphat

Eisen:

- Salze meist gelb (Fe^{3+}) oder hellgrün (Fe^{2+})
- HCl-Auszug gelb (Fe^{3+} -Vorsicht: Chromat!), Eisen lässt sich mit Ether ausschütteln
- AgCl: Komplexbildung mit NH_3
- in bisherigen Analysen

Fe_2O_3	→	rostrot (in Säuren schwerlöslich)
FePO_4	→	schmutzig weiß
FeSO_4	→	hellgrün
$\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2$	→	hellgrün

V1: HCl-Auszug der Ursubstanz wird mit NH_4SCN versetzt. Bei Anwesenheit von Eisen verfärbt sich die Lösung tiefrot (mit Co^{2+} blau).

V2: HNO_3 -Auszug der Ursubstanz wird mit $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ versetzt. Bei Anwesenheit von Eisen verfärbt sich die Lösung tiefblau.

V3: HCl-Auszug der Ursubstanz wird mit kont. NH_3 versetzt. Bei Anwesenheit von Eisen fällt rotes $\text{Fe}(\text{OH})_3$ aus.

Blei:

- Chromate meist gelb, Dichromate meist orange; Cr^{3+} in wässriger meist grün (kalt auch violett möglich)
- dunkelgrüner unlöslicher Rückstand (Cr_2O_3); Boraxperle grün; event. Gelber Sodauszug durch CrO_4^{4-} ; Vorsicht beim Cl-Nachweis, es kann rotes AgCrO_4 ausfallen; in stark saurer Lösung (nicht zu verdünnt) Bildung von orangefarbenem Dichromat $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$
- Chromat mit Ethanol in der Hitze zu Cr^{3+} reduzieren
- in bisherigen Analysen

Cr_2O_3	→	grün (in Säuren schwerlöslich)
CrCl_3	→	pink-violett (Flitter)
$\text{CrCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	→	dunkelgrün
$\text{KCr}(\text{SO}_4)_2$	→	violett-schwarz
$(\text{NH}_4)_2\text{CrO}_4$	→	gelb
PbCrO_4	→	gelb
K_2CrO_4	→	gelb
BaCrO_4	→	gelb

V1: Oxidationsschmelze ist gelb. (Ursubstanz mit 6facher Menge $\text{NaCO}_3/\text{KNO}_3$ schmelzen) (Mangan ergibt grüne Oxidationsschmelze: Rückseite der Magnesiumrinne!)

V2: Der HNO_3 -Auszug der Ursubstanz (etwas in Eis kühlen) wird mit etwas Ether überschichtet, ein paar Tropfen H_2O_2 zugeben und vorsichtig schütteln. Bei Anwesenheit von Chrom verfärbt sich die organische Phase blau.

Urotropin - Gruppe (2)

Eisen, Chrom, Aluminium, Zirkonium, Vanadium, Wolfram, Phosphat

Aluminium:

- Salze meist
- farblos
- in leicht ammoniakalischer Lösung fällt sehr voluminöses $\text{Al}(\text{OH})_3$ aus in bisherigen
- Analysen

Al_2O_3 → rostrot (in Säuren schwerlöslich)

$\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$ → hellgrün

V1: Etwas Ursubstanz, besser etwas $\text{Al}(\text{OH})_3$ auf einer Magnesiumrinne mit einem winzigen

Körnchen CoSO_4 schmelzen → Thénards Blau

Der HCl-Auszug der Ursubstanz wird mit NH_3 neutralisiert (eher leicht sauer als alkalisch,

es darf kein $\text{Al}(\text{OH})_3$ ausfallen) und die Lösung (andere Feststoffe ignorieren) mit Morin versetzt. Bei Anwesenheit von Aluminium Fluoreszenz im UV-Licht, die bei Zugabe von HCl verschwindet. [Na^+ stört, Zr^{4+} gleiche Reaktion - bleibt aber mit HCl]

Phosphat:

- $\text{Zr}_3(\text{PO}_4)_4$ ist unlöslich (weiß)
- Vorsicht beim Cl-Nachweis, es kann Ag_3PO_4 ausfallen (gelb, löslich in Säure und NH_3) in bisherigen
- Analysen

MgHPO_4 → grün (in Säuren schwerlöslich)

$\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$ → pink-violett (Flitter)

FePO_4 → dunkelgrün

V1: Zur Lösung des Sodauszuges oder zum HCl-Auszug der Ursubstanz etwas ZrOCl_2 geben und erhitzen. Es fällt weißes $\text{Zr}_3(\text{PO}_4)_4$ aus (stehen lassen/event. Erhitzen). Der Niederschlag ist in Säuren unlöslich.

V2: Der HNO_3 -Auszug der Ursubstanz oder die Lösung des Sodauszuges (mit HNO_3 angesäuert) mit Eis kühlen und ein paar Tropfen einer Ammoniummolybdat-Lösung hinzugeben. Gelber Niederschlag. In der Kälte eindeutig, in der Hitze kann Arsen die gleiche Arsen die gleiche Reaktion ergeben.

Störung:

- Kieselsäure

Urotropin - Gruppe (3)

Eisen, Chrom, Aluminium, Zirkonium, Vanadium, Wolfram, Phosphat

Zirkonium:

- $Zr_3(PO_4)_4$ ist unlöslich (weiß)
- in bisherigen Analysen
 - ZrO_2 → weiß (in Säuren schwerlöslich)
 - $ZrOCl_2$ → weiß

V1: s. Phosphat V1

V2: Der HCl-Auszug der Ursubstanz wird mit NH_3 neutralisiert und die Lösung (andere Feststoffe ignorieren) mit Morin versetzen. Bei Anwesenheit von Zirkonium Fluoreszenz im UV-Licht, die bei Zugabe von HCl nicht verschwindet [Na^+ stört, Al^{3+} gleiche Reaktion - bleibt aber mit HCl nicht]

Vanadium:

- Salze löslich, meist beige bis braun
- egal was man tut, die Lösung ändert ständig die Farbe (z.B. hellblauer Sodaauszug); Boraxperle gelb bis braun
- in bisherigen Analysen
 - V_2O_5 → beige
 - NH_4VO_3 → weiß

V1: Der HCl-Auszug der Ursubstanz wird mit NH_3 neutralisiert (leicht ammoniakalisch) und in die Lösung (andere Feststoffe ignorieren) H_2S eingeleitet (solange, dass die Lösung gesättigt ist). Die Lösung wird violett.

TIPP: Vanadium sucht man nicht, es findet DICH.

Wolfram:

- H_2WO_4 ist in Säure löslich, jedoch nicht in NaOH (gelb)
- in bisherigen Analysen
 - WO_3 → gelb (in Säuren entsteht beim Erhitzen H_2WO_4)
 - Na_2WO_4 → weiß

V1: Etwas Ursubstanz mit wenig HNO_3 und NH_4Cl in eine Porzellanschale geben. Bildung von Wolframblau (Vanadium wird auch blau, allerdings nur sehr langsam).

Ammoniumsulfid - Gruppe

Nickel, Cobalt, Zink, Mangan

Nickel:

- Salze meist grün; bei NiCO_3 ist der Carbonatnachweis sehr schwer (reagiert nur bei richtigem Erhitzen/am besten mit konz. H_2SO_4)
- in Ammoniak blaues $[\text{Ni}(\text{NH}_3)_6]^{2+}$
- in bisherigen Analysen
 - Ni_2O_3 → schwarz (in Säuren bei längerem Erhitzen löslich)
 - NiCO_3 → grün
 - NiSO_4 → grün

V1: Der HCl-Auszug der Ursubstanz wird ammoniakalisch gemacht und mit Diacetyldioim versetzt. Bei Anwesenheit von Ni fällt blutroter Niederschlag aus (Fe mit NaF maskieren!). Bei Anwesenheit von

Co:

Den HCl-Auszug mit $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_3$ -Lösung erhitzen, schwarzes $\text{CoO}_2/\text{NiO}_2$ abzentrifugieren und mit wenig konz. NH_3 und DAD behandeln, gut schütteln und stehen lassen (event. abzentrifugieren um die Farbe zu erkennen).

Cobalt:

- wasserhaltige Salze meist rosa bis rötlich; wasserfrei Salze meist blau
- HCl-Auszug blau bis grün (keine Garantie bei Mischfarben); mit Wasser verdünnen → rosa Lösung
- in bisherigen Analysen
 - Co_2O_3 → schwarz (in Säuren bei längerem Erhitzen löslich)
 - CoCl_2 → rosa-blau (je nach Wassergehalt)
 - CoSO_4 → rosa-blau (je nach Wassergehalt)
 - $\text{Co}(\text{NO}_3)_2$ → rosa-blau (je nach Wassergehalt)

V1: Boraxperle: blau

V2: Der HCl-Auszug der Ursubstanz wird mit NH_4SCN -Lösung versetzt, mit etwas Amylalkohol überschichtet und vorsichtig ausgeschüttelt. Bei Anwesenheit von Co verfärbt sich die organische Phase blau (Fe mit NaF maskieren).

Ammoniumsulfid - Gruppe (2)

Zink:

- Salze meist weiß in bisherigen
- Analysen

ZnO → weiß (in Säuren schwerlöslich)

ZnO → graues Pulver (mit Säuren H₂-Entwicklung)

Etwas Ursubstanz auf einer Magnesiumrinne mit einem winzigen Körnchen

V1: CoSO₄

schmelzen. Die Substanz wird grün → Rinmanns Grün

(!Thenards Blau)

V2: aus dem Trennungsgang mit K₄[Fe(CN)₆] in essigsaurer Lösung schmutzig weißer

Niederschlag

V3: HNO₃-Auszug (lange siedeln!) mit NaOH-Lösung versetzen bis die Lösung noch leicht sauer ist, K₄[Fe(CN)₆]-Lösung versetzen → brau-gelber Niederschlag; abzentrifugieren und damit Rinmanns Grün machen.

Zn muss nicht immer gefunden werden bzw. man kann es auch finden wenn es nicht in der Probe enthalten ist "Würfeln" behaupten manche.

TIPP:

Mangan:

- Mn(II)-Salze ganz leicht rosa, Braunstein (MnO₂) ist schwerlöslich, Sodauszug violett
- Permanganat (VII) mit Ethanol in der Hitze zu Mn⁴⁺ reduzieren in bisherigen
- Analysen

MnCO₃ → hellrosa

MnCl₂ → hellrosa

MnO₂ → brau-schwarz

KMnO₄ → violett

V1: Der HNO₃-Auszug der Ursubstanz wird mit PbO₂ versetzt und erhitzt. Die Lösung wird durch MnO⁴⁺ violett.

V2: Oxidationsschmelze ist blau-grün (Ursubstanz mit 6facher Menge NaCO₃/KNO₃ schmelzen). In Wasser lösen und Essigsäure zugeben; Disproportionierung in MnO⁴⁺ und Braunstein. (Mischfarben!)

Ammoniumcarbonat - Gruppe

Barium, Strontium, Calcium

Barium:

- Salze meist weiß
- BaSO₄ in Säuren schwer löslich
- Flammenfärbung normalerweise grün; event. Mit dem Rückstand des HCl-Auszugs
- Soda-Pottasche-Aufschluß für BaSO₄ (nicht ganz zuverlässig)
- in bisherigen Analysen

BaSO ₄	→	weiß
BaCO ₃	→	weiß
BaCl ₂	→	weiß
Ba(NO ₃) ₂	→	weiß
BaCrO ₄	→	gelb

Strontium

⋮

- Salze meist weiß
- SrSO₄ in Säure event. schwerlöslich
- Flammenfärbung rot; als SrSO₄ fällen und dann Flammenfärbung
- in bisherigen Analysen

SrSO ₄	→	weiß
SrCl ₂	→	weiß
Sr(NO ₃) ₂	→	weiß

Calcium:

- Salze meist weiß
- Flammenfärbung rot
- Unterscheidung Sr²⁺/Ca²⁺:
Als Sulfat fällen; Niederschlag in verd.(!!!) HCl kochen und zentrifugieren, Lösung alkalisch machen, mit Acetat puffern und Oxalat zugeben. Den Niederschlag durch Flammenfärbung identifizieren.
- in bisherigen Analysen

CaSO ₄	→	weiß
CaCO ₃	→	weiß
CaCl ₂	→	weiß
Ca ₃ (PO ₄) ₂	→	weiß

Lösliche - Gruppe

Lithium, Natrium, Kalium, Ammonium, Magnesium

Lithium:

- Salze meist weiß
- Flammenfärbung rot
- event. Li_3PO_4 fällen und Niederschlag durch Flammenfärbung identifizieren
- in bisherigen Analysen
 - LiCl → weiß
 - Li_2SO_4 → weiß

Natrium:

- Salze meist weiß
- Flammenfärbung gelb (sehr lange!)
- in bisherigen Analysen
 - NaCl → weiß
 - NaBr → weiß
 - Na_2WO_4 → weiß
 - NaBiO_3 → weiß

Kalium:

- Salze meist weiß
- Flammenfärbung leicht violett, sichtbar durch Co-Glas
- in bisherigen Analysen
 - KCl → weiß
 - KBr → weiß
 - KI → weiß
 - KNO_3 → weiß
 - $\text{K}[\text{Sb}(\text{OH})_6]$ → weiß
 - KMnO_4 → violett
 - K_2CrO_4 → gelb
 - $\text{KCr}(\text{SO}_4)_2$ → violett-schwarz

V1: HCl-Auszug der Ursubstanz wird mit HClO_4 versetzt und der Niederschlag durch Flammenfärbung identifiziert.

- Störung: Ammonium vorher abrauchen; empfindlicher Nachweis, bei geringer Konzentration fällt nicht zwingend etwas aus

V2: Neutrale bis schwach essigsäure Lösung (Sodauszug mit CH_3COOH ansäuern und eindampfen//HCl-Auszug mit NaAc puffern) mit einer frisch hergestellten kalt-gesättigten $\text{Na}_3[\text{Co}(\text{NO}_2)_6]$ -Lösung versetzen. Gelbes $\text{K}_2\text{Na}[\text{Co}(\text{NO}_2)_6]$ fällt aus.

- Störung: Ammonium vorher abrauchen

Lösliche - Gruppe (2)

Ammonium:

- Salze meist weiß/farblos, sonst Farbe des Gegenions
- Ammoniumsalze sublimieren im Glühröhrchen
- in bisherigen Analysen

NH_4Cl	→	weiß
NH_4Br	→	weiß
NH_4I	→	weiß
$(\text{NH}_4)_2\text{VO}_3$	→	weiß
$\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2$	→	grün
$(\text{NH}_4)_2\text{CrO}_4$	→	gelb

V1: Ursubstanz und NaOH-Plätzchen und einen Tropfen Wasser in einem Becherglas vermengen und schnell mit einem Uhrglas mit angefeuchtetem Indikatorpapier abdecken → Blaufärbung

Magnesium:

- Salze meist weiß
- hochgeglühtes MgO schwer löslich
- in bisherigen Analysen

MgCl_2	→	weiß
MgO	→	weiß
MgCO_3	→	weiß
MgHPO_4	→	weiß

V1: beste Möglichkeit

Sodauszug zentrifugieren, den Niederschlag mit konz. $\text{NH}_3/\text{NH}_4\text{Cl}$ behandeln, die Lösung abzentrifugieren und mit NH_3 und Magneson versetzen. Es entsteht ein typischer blauer Niederschlag.

Vorsicht: die blaue Magneson-Lösung ändert ihre Farbe bei Anwesenheit von Mg!

KOH - Schmelze

- Mn:** → dunkelgrüne Schmelze
- in H₂O lösen und Essigsäure zugeben ergibt rotviolett (MnO₄⁻)
(bei Zugabe von Lauge brauner Niederschlag)
- Zn:**
- in H₂O lösen und verd. H₂SO₄ (bis neutral) und K₃[Fe(CN)₆] und Diethylanilin
ketchup-roter
→ Niederschlag
- Cr:**
- in H₂O lösen Rückstand abzentrifugieren und HNO₃ (bis sauer) und Ether (Eisbad)
und H₂O₂ zugeben
blaue
→ Etherphase
bei braunem Niederschlag → Vanadium
- Al:**
- in H₂O lösen, Rückstand abzentrifugieren und viel Hac und Morin
→ gelbe Fluoreszenz (verschwindet mit konz. HCl, Na stört)
- Zr:**
- in H₂O lösen, Rückstand abzentrifugieren und konz. HCl und Morin
gelbe Fluoreszenz (verschwindet mit konz. HCl nicht, Na und Al
→ stören)
- W:**
- in H₂O lösen, Zentrifugat und viel konz. HCl und SnCl₂ oder Zn zugeben
→ nach einiger Zeit blau
- V:**
- in H₂O lösen und lange H₂S einleiten
→ rotviolett (manchmal nur braun)