

Chemische Nachweise*

Uwe Münch

30. September 1991

Im folgenden sind die Nachweise von Kationen (insbesondere Metallkationen), Anionen (Sulfate, Nitrate, Halogenide, etc.) und Elementen zusammengefaßt, die wir im „Chemischen Praktikum für Physiker“ in Versuchen bzw. im Seminar kennengelernt haben. Außerdem sind die Trennungsgänge und im Anhang einige Darstellungsmöglichkeiten verschiedener Elemente bzw. Verbindungen beschrieben.

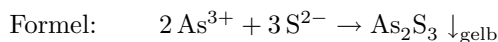
1 Nachweise der Kationen und Elemente

(1) : Al^{3+}

Aluminium-Ionen weist man zunächst über **weißes** Aluminiumhydroxid nach. Dazu gebe man zu der Aluminiumlösung verd. Ammoniak. Es fällt $\text{Al}(\text{OH})_3 \downarrow_{\text{weiß}}$. Nun löst man diesen Niederschlag mit verd. Essigsäure und wenig Eisessig (\implies wieder hydratisierte Al^{3+} -Ionen). Nun gebe man Morin-Lösung zu der Probe. Unter UV-Licht zeigt sich Fluoreszenz. (Versuch 7.6)
Eine zweite Möglichkeit des Nachweises ist das Doppelsalz CoAl_2O_4 (Thenards Blau).

(2) : As^{3+}

- Eine Möglichkeit des Nachweises von Arsen-Kationen besteht darin, eine solche Lösung mit Ammoniumsulfid $(\text{NH}_4)_2\text{S}$ zu versetzen. Es entsteht ein **gelber** Niederschlag.

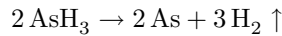
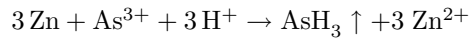


Siehe Versuch 5.16; vgl. auch: (21),(5)

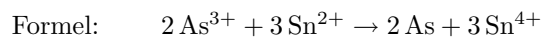
- **Marshe-Probe:** Arsenkationen, Zink und verdünnte Schwefelsäure wird erhitzt. Das entweichende

*eine Zusammenfassung basierend auf meiner Mitschrift. (Version 3.2 vom 14. 5. 97)

Arsin wird an anderer Stelle nochmals erhitzt und es scheidet sich ein grauer Spiegel Arsen ab. Gleichungen:

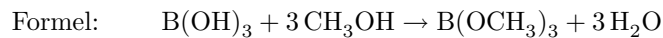


- **Bettendorf'sche Arsenprobe:** Die Probe wird in konz. Salzsäure gelöst und SnCl_2 zugegeben. Die Lösung wird **braun**. (s. Versuch 5.18)

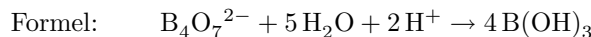


(3) : B^{3+}

Der Nachweis von Borsäure gelingt über den Borsäuretrimethylester. Die Dämpfe dieses Esters brennen **grün**. Um den Ester zu erzeugen, wird die Probe mit Methanol und konz. Schwefelsäure versetzt. (s. Versuch 7.3)



Zum Nachweis von Bor muß die Borverbindung also zunächst zur Borsäure reagieren. Bei Borax ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10 \text{H}_2\text{O}$) geschieht dies folgendermaßen:



(4) : Ba^{2+}

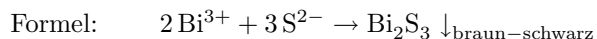
Barium ist ein *Erdalkalimetall*¹.

- charakteristische Flammenfärbung: **fahlgrün** (im Spektroskop: u. a. viele grüne Linien)
- (s. Versuch 7.16) Zum Nachweis der Barium-Ionen versetze man die Lösung mit einem Chromatsalz. Die Flüssigkeit wird durch Bariumchromat **gelb**.



(5) : Bi^{3+}

Eine Möglichkeit des Nachweises von Bismut-Kationen besteht darin, eine solche Lösung mit $(\text{NH}_4)_2\text{S}$ (Ammoniumsulfid) zu versetzen. Es entsteht ein **braun-schwarzer** Niederschlag.



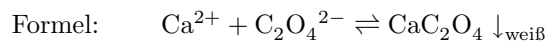
Siehe Versuch 5.16; vgl. auch: (21), (2); außerdem gelingt mit Bismut auch die bei Arsen (2) erwähnte *Bettendorf'sche Probe*, allerdings in **alkalischer** Lösung: Nach Versetzen eines Bismutsalzes mit Zinn(II)chlorid und Natronlauge fällt **schwarzer** Bismut aus. (s. Versuch 5.19)

¹Barium bildet mit Sulfat- und Carbonationen einen schwerlöslichen **weißen** Niederschlag.

(6) : Br₂ Der Nachweis des elementaren Broms gelingt durch Ausschütteln mit CCl₄ oder Chloroform CHCl₃. Die untere, organische Schicht ist **braun** gefärbt. Siehe Versuch 3.8; Vergleiche auch (13).

(7) : Ca²⁺ Calcium ist ein *Erdalkalimetall*².

- charakteristische Flammenfärbung: **ziegelrot** (im Spektroskop: u. a. eine *violette* und eine grüne Linie, einige orangene Linien).
- Nachweis durch z.B. Natriumoxalat Na₂C₂O₄ (s. Versuch 7.10)



Die Rückrichtung, d. h. das Lösen des Calciumoxalats, läuft unter Säureeinwirkung ab.

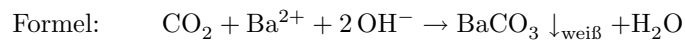
(8) : Co²⁺

- Kobalt läßt sich durch Kobalt(II)thiocyanat nachweisen. Dazu versetze man die Probe mit einigen Tropfen Ammoniumthiocyanat-Lsg. (NH₄SCN). Dann schüttele man mit Amylalkohol aus. Das gebildete Co(SCN)₂ ist **blau**. (s. Versuch 8.26)



- Phosphorsalzperle: **blau** (s. Vorproben)

(9) : CO₂ Der Nachweis des Kohlendioxids wird mit Ba(OH)₂ (Barytwasser) geführt. Es bildet sich Bariumcarbonat. (s. Versuch 6.10)



(10) : Cr³⁺

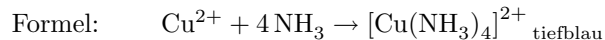
- Um Chrom nachzuweisen, oxidiert man es zu Chromat-Ionen (für diesen Nachweis s. (28)). Dazu versetze man eine Chromlösung mit einem Überschuß Natronlauge, versetze mit H₂O₂ und koche auf. (siehe Versuch 8.15)
Gleichung:



²Calcium bildet mit Sulfat- und Carbonationen einen schwerlöslichen **weißen** Niederschlag.

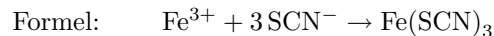
- Phosphorsalzperle: **grün** (s. Vorproben)
- Oxidationsschmelze: **gelb** (s. Vorproben)

(11) : Cu^{2+} Der Nachweis von Kupfer wird mit Ammoniak geführt. (s. Versuch 8.2) Es entsteht eine **tiefblaue** Färbung.



(12) : $\text{Fe}^{2+}/\text{Fe}^{3+}$ Achtung: Eisen kann durch den Komplex $[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{3-}$ / $^{4-}$ maskiert sein, d.h. der Nachweis gelingt dann nicht. (Nachweise: Versuche 8.22, 8.23, 8.24)

- Fe^{3+} versetze man mit $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ („gelbes Blutlaugensalz“), Fe^{2+} versetze man mit $\text{K}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ („rotes Blutlaugensalz“). Die Lösungen färben sich **blau**. (Turnbulls Blau bzw. Berliner Blau). Es bildet sich der Komplex $\text{KFe}[\text{Fe}(\text{CN})_6]$.
- Fe^{3+} -Salze versetze man mit Ammoniumthiocyanat-Lösung (NH_4SCN) und schüttele mit Ether aus. Die Lösung färbt sich **dunkelrot**.



- Phosphorsalzperle: **gelb** (s. Vorproben)

(13) : I_2

- Der Nachweis des elementaren Jods gelingt durch Ausschütteln mit CCl_4 oder Chloroform CHCl_3 . Die untere, organische Schicht ist **violett** gefärbt. Siehe Versuch 3.8; Vergleiche auch (6).
- Der Nachweis mit Stärke (Versuch 3.9): Jod färbt sich mit Stärke intensiv **blau-schwarz**.

(14) : K^+

- charakteristische Flammenfärbung: **violett**, deutlich mittels dunklem Kobaltglas zu erkennen, das alle anderen störenden Spektrallinien herausfiltert. (Spektroskop: 2 rote, 1 violette Linie).
- bildet mit Perchloraten schwerlösliches Kaliumperchlorat: s. (26)

(15) : Li charakteristische Flammenfärbung: **rot**

(16) : Mg^{2+} Der Nachweis der Magnesiumionen geht folgendermaßen: Mg^{2+} -Lösung ansäuern; NH_4Cl zugeben; Phosphat zugeben; erhitzen und tropfenweise NH_3 zugeben. Es bildet sich Ammoniummagnesiumphosphat (NH_4MgPO_4). Vergleiche: (33)

(17) : Mn^{2+}

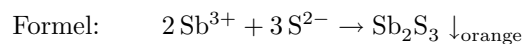
- durch Darstellung von Permanganat mit Hilfe von Bleidioxid (s. Anhang).
- durch **fleischfarbened** MnS . (s. Versuch 9.2)
- **Oxidationsschmelze**: Man oxidiere das Mangan zu Braunstein (MnO_2 , vgl. Trennungsgang). Dann schmelze man den Braunstein auf einer Magnesiumrinne mit mindestens der 4-fachen Menge Soda (Natriumcarbonat Na_2CO_3) und Kaliumnitrat. Befindet sich in der Tat Braunstein in der Probe, färbt sich die Schmelze **grün**. (Versuch 9.3)
- Phosphorsalzperle: **violett** (s. Vorproben)

(18) : Na charakteristische Flammenfärbung: **gelb** (im Spektroskop: nur eine gelbe Linie).

(19) : Ni^{2+} Eine Nickel-Kation-Lösung wird mit Dimethylglyoximlösung und wenig Ammoniak versetzt. Es bildet sich ein **roter** Farblack. (s. Versuch 8.27); Phosphorsalzperle: **gelb-braun** (s. Vorproben)

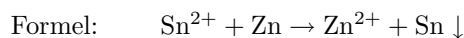
(20) : Pb^{2+} Blei bildet mit Sulfid einen **schwarzen** Bleisulfid-Niederschlag, mit Sulfat einen **weißen** Bleisulfat-Niederschlag und mit Chromat einen **gelben** Bleichromat-Niederschlag. (Versuche 6.17, 6.18, 6.19)

(21) : Sb^{3+} Eine Möglichkeit des Nachweises von Antimon-Kationen besteht darin, eine solche Lösung mit $(\text{NH}_4)_2\text{S}$ (Ammoniumsulfid) zu versetzen. Es entsteht ein **orangener** Niederschlag.



Siehe Versuch 5.16; vgl. auch: (2), (5); hier gelingt auch die *Marshe-Probe* (vgl. (2)).

(22) : Sn^{2+} Zink reduziert Sn^{2+} zu elementarem Zinn.



- (23) : Sr charakteristische Flammenfärbung: **karminrot** (im Spektroskop: viele rote, eine blaue Linie).³

2 Nachweise von Anionen

- (24) : Br⁻

- Bromid ist ein *Halogenid*. Halogenide weist man durch eine Ag-Salz-Lösung nach. Es fällt schwerlösliches **weißgelbes** Silberbromid AgBr aus. Siehe Versuch 3.13; Vergleiche auch: (27), (29)



Silberbromid ist in konzentrierter NH₃ unter Komplexbildung (Koord.zahl 2) löslich.

- Eine weitere Möglichkeit des Nachweises besteht in der Oxidation zum Element (z.B. durch Fluor, Chlor): s. (6)

- (25) : CO₃²⁻

- Der Nachweis der **Carbonate** gelingt durch Versetzen mit Bariumsalzen (z.B. BaCl₂). Der Niederschlag von Bariumcarbonat ist unter Säuren löslich. (s. Versuch 6.8)



- Eine weitere Möglichkeit besteht darin, das Carbonat mit verd. HCl anzusäuern und das entweichende CO₂ mit (9) nachzuweisen.

- (26) : ClO₄⁻ **Perchlorate** weist man durch Kaliumsalze nach, z.B. KCl. (s. Versuch 4.4; vgl. (14))

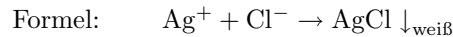


- (27) : Cl⁻

- Chlorid ist ein *Halogenid*. Halogenide weist man durch eine Ag-Salz-Lösung nach. Es fällt schwerlösliches

³Sr²⁺ (*Erdalkalimetall*) bildet mit Sulfat- und Carbonationen einen schwerlöslichen **weißen** Niederschlag.

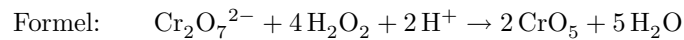
weißes Silberchlorid AgCl aus. Siehe Versuch 3.13; Vergleiche auch: (24), (29)



Silberchlorid ist in verdünnter NH_3 unter Komplexbildung (Koord.zahl 2) löslich.

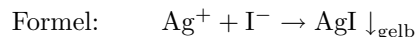
- Eine weitere Möglichkeit des Nachweises besteht in der Oxidation zum Element (z.B. durch Fluor); einen Chlornachweis haben wir nicht durchgeführt.

(28) : CrO_4^{2-} Die Chromat-Lsg. wird mit Schwefelsäure versetzt, es entsteht Dichromat. Nun gibt man H_2O_2 hinzu und kühle mit Eis. Mit Ether läßt sich das Chromperoxid (CrO_5) ausschüteln, das intensiv **blau** gefärbt ist. (s. Versuch 8.18)



(29) : I^-

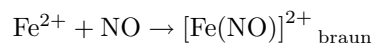
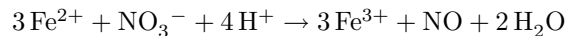
- Iodid ist ein *Halogenid*. Halogenide weist man durch eine Ag-Salz-Lösung nach. Es fällt schwerlösliches **gelbes** Silberiodid AgI aus. Siehe Versuch 3.13; Vergleiche auch: (27), (24)



- Eine weitere Möglichkeit des Nachweises besteht in der Oxidation zum Element (z.B. durch Fluor, Chlor, Brom): s. (13)

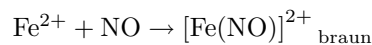
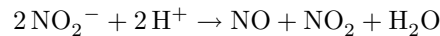
(30) : NO_3^- **Ringprobe** (s.Versuch 5.9)

Man säuert das Nitrat an (natürlich *nicht* mit Salpetersäure), versetzt mit Eisen(II)sulfat und rührt gut um. Bei schräg gehaltenem Reagenzglas unterschichtet man vorsichtig mit konz. Schwefelsäure als wasserentziehende Reagenz. Es entsteht eine **braune** Scheibe zwischen zwei Schichten. Gleichungen:

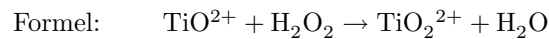


Eigentlich weist man also NO nach.

- (31) : NO_2^- **Ringprobe** (s. Versuch 5.10; vgl. (30))
 Man versetzt das Nitrit mit Eisen(II)sulfat. Nun braucht man nur noch mit verd. Essigsäure anzusäuern, da die Nitrit-Ionen bereits beim Zerfall NO bilden. Gleichungen:



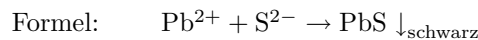
- (32) : O_2^{2-} Das *Peroxid-Anion* im Wasserstoffperoxid weist man mit Hilfe einer Titanoxidsulfat-Lösung ($\text{Ti}(\text{O})\text{SO}_4$) nach. Die Lösung wird intensiv **gelb.** (s. Versuch 4.7)



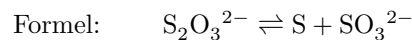
- (33) : PO_4^{3-}

- Zum Nachweis des **Phosphat-Ions** erzeugt man Magnesium-ammonium-phosphat (MgNH_4PO_4), das einen weißen Niederschlag bildet. (z.B. festes $\text{Mg}(\text{OH})_2$ mit NH_4Cl auflösen und zur Probe zugeben; s. Versuch 5.14; vgl. (16)).
- Der *kolorimetrische* Nachweis für geringste Mengen: Man gebe zur Probe 1 ml folgender Lösung: 5 ml H_2O , 5 ml Ammonium-molybdat und 1 ml konz. Schwefelsäure; und 10 Tropfen folgender Lösung: 10 Tropfen SnCl_2 in 10 ml H_2O . An der Stärke der **Blaufärbung** läßt sich die Menge des vorhandenen Phosphats bestimmen. (Versuch 5.15)

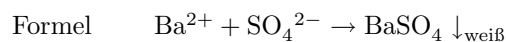
- (34) : S^{2-} Das **Sulfid-Anion** weist man mit Bleiacetat nach. Dazu versetzt man z.B. das Sulfid mit Salzsäure. Das aufsteigende H_2S -Gas schwärzt ein Pb-acetat-Filterpapier. (s. Versuch 4.9)



- (35) : $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$ Das *Thiosulfat-Ion* weist man durch Ansäuern mit Salzsäure nach. Dabei zerfällt das Thiosulfat in Sulfit und elementaren Schwefel. (s. Versuch 4.15)



- (36) : SO_4^{2-} Das **Sulfat-Ion** weist man durch Zugabe eines Bariumsulfates nach, z.B. BaCl_2 . Es fällt weißes Bariumsulfat aus. (s. Versuch 4.14)



3 Trennungsgänge

Im folgenden muß nach Ansäuern, ammoniakalisch machen, etc. *immer* mit pH-Papier geprüft werden. Die benötigten Chemikalien werden *schräg* geschrieben, das Ergebnis **fett**.

3.1 Anionentrennungsgang

Mit unserem Anionentrennungsgang können wir folgende Anionen nachweisen: CO_3^{2-} , SO_4^{2-} , Cl^- , NO_3^-

Carbonat Eine Spatelspitze der Ursubstanz wird mit *verd. HCl* versetzt. Bei Anwesenheit von Carbonat-ionen zeigt sich eine **Blasenentwicklung**. Das entweichende **CO₂** wird mit (9) nachgewiesen.

Für die nachfolgenden Nachweise muß zunächst ein **Sodaauszug** durchgeführt werden, damit keine Kationen stören können. Dazu koche man etwas Ursubstanz mit der 5-fachen Menge an Na_2CO_3 etwa 10 Minuten in 30 ml Wasser. Nach dem Abkühlen wird filtriert und die Anionen im Filtrat nachgewiesen.

Sulfat Man säuert 1 - 2 ml Filtrat mit *verd. HCl* an und gibt *Bariumchlorid-Lösung* hinzu. Es fällt **weißes Bariumsulfat** aus. (vgl. (36); Entsorgung: Filtrieren; Schwermetallabfall)

Chlorid Man säuert 1 - 2 ml Filtrat mit *verd. HNO₃* an und gibt *Silbernitratlösung* hinzu. Es fällt **weißes Silberchlorid** aus (vgl. (27); Entsorgung: Filtrieren; Schwermetallabfall)

Nitrat Man säuert 1 - 2 ml Filtrat mit *verd. H₂SO₄* an und weist die Nitrationen mit der **Ringprobe** nach: (30).

3.2 Kationentrennungsgang

Mit unserem Kationentrennungsgang können wir folgende Ionen nachweisen:

Fe^{3+} , Al^{3+} , Cr^{3+}

Co^{2+} , Ni^{2+} , Mn^{2+} , Zn^{2+}

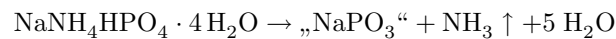
Ba^{2+} , Sr^{2+} , Ca^{2+}

K^+ , Na^+

3.2.1 Vorproben

Die Vorproben sollen schon einmal auf bestimmte Kationen hinweisen, ohne sie exakt nachweisen zu können.

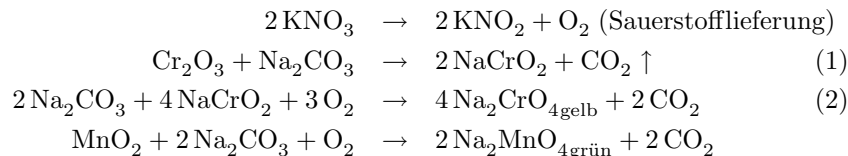
1. **Flammenfärbung:** Die Alkali- bzw. Erdalkalimetalle können mit einem Spektrometer anhand der charakteristischen Flammenfärbung erkannt werden. Dazu versetze man die Ursubstanz mit etwas *verd. HCl*, nehme die Pampe mit einem Magnesiastäbchen auf und halte sie in die Bunsenbrennerflamme: siehe (14), (18), (7), (23), (4)
2. **Phosphorsalzperle:** Dazu fülle man *Natriumammoniumhydrogenphosphat* in ein Schälchen. Mit einem heißen Magnesiastäbchen nehme man dieses Phosphorsalz auf und halte es drehend in die Bunsenbrennerflamme. Es entsteht eine farblose Schmelze, die sogenannte Perle, nach der Gleichung:



Mit der Perle nehme man wenig Ursubstanz auf und halte sie in die Flamme. Es entstehen folgende Farben:

grün	Cr^{3+} (Oxidationszone der Flamme)
gelb	$\text{Fe}^{2+/3+}$
blau	Co^{2+}
violett	Mn^{2+}
braun-gelb	Ni^{2+} (Oxidationszone der Flamme)

3. **Oxidationsschmelze:** Man schmelze eine 1 : 1 – Mischung von Kaliumnitrat und Natriumcarbonat mit etwas Ursubstanz. Chrom wird **gelb**, Mangan **grün**. Gleichungen:



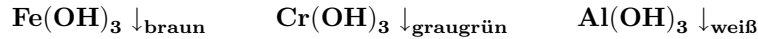
3.2.2 Exakte Nachweise

Wenn ein Nachweis nicht sicher gelingt, so macht man eine Blindprobe, d. h. man gibt das erwartete Kation zu der Nachweislösung und beobachte die Veränderung.

1. Die Ammoniakgruppe

Man löse einige Gramm der Ursubstanz in 50 - 60 ml Wasser unter Hitze. Falls sich die Probe nicht löst, gebe man nun unter Hitze *verd. HCl* hinzu. Falls sich die Probe immer noch nicht löst, gibt man nun unter Hitze *konz. HCl* hinzu. Einen Spatel NH_4Cl zugeben, zum Sieden erhitzen und

mit NH_3 versetzen bis $pH = 9$. Dabei fallen folgende Hydroxide aus, falls vorhanden:



Man filtriere die Niederschläge ab und wasche sie mit heißem Wasser, damit evtl. noch gebundene Kationen für die nächste Gruppe wieder freigegeben werden (sich lösen).

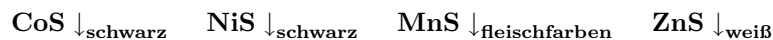
Filtrat \Rightarrow 2. (Ammoniumsulfidgruppe).

Der Rückstand wird in *verd. HCl* gelöst und Na_2CO_3 solange zugegeben, bis $pH = 2,5$. Diese Lösung gebe man rührend in eine Lösung aus 30%iger *NaOH* und 3%iger H_2O_2 . („**Alkalisturz**“, „alkalischer Einlauf“). Der pH muß nun bei 12 bis 14 liegen.

- (a) Es ist ein Niederschlag entstanden: $\mathbf{Fe(OH)_3}$; sonst weiter bei 1b.
Niederschlag filtrieren, mit heißem Wasser waschen; Filtrat \Rightarrow 1b.
Den Rückstand in *verd. HCl* lösen; Nachweise für Eisen: s. (12)
- (b) Filtrat aus 1a) 10 Minuten kochen; abkühlen lassen und aufteilen.
- Chrom-Nachweis: s. (28)
 - Aluminium-Nachweis: Filtrat mit *HCl* ansäuern, mit NH_3 ammoniakalisch machen ($pH = 9$) und erhitzen; weiter s. (1).

2. Die Ammoniumsulfidgruppe

Filtrat aus 1. auf $90^\circ C$ erhitzen, um den Sauerstoff zu entfernen (denn sonst ist NiS kolloid gelöst, also bliebe es nicht im Filtrückstand). Dann mit $(NH_4)_2S$ -Lsg. im Überschuß versetzen. Dabei fallen folgende Sulfide aus, falls vorhanden:



Man filtriere die Niederschläge ab und wasche mit heißem Wasser (+wenig $(NH_4)_2S$).

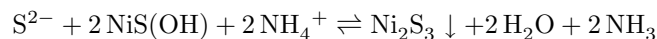
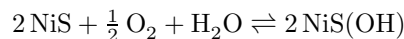
Filtrat \Rightarrow 3. (Ammoniumcarbonatgruppe)

Den Rückstand aus Filter mit Wasser in ein Reagenzglas spülen, mit gleichem Volumen *verd. HCl* versetzen und 5 Minuten in der Kälte stehen lassen. Dabei lösen sich MnS und ZnS wieder. Filtrieren; mit heißem Wasser waschen.

Filtrat \Rightarrow 2c.

Den Rückstand in *verd. Essigsäure* und wenig 30%iger H_2O_2 lösen, lange kochen, filtrieren und Filtrat halbieren (\Rightarrow 2a, 2b);

zu NiS , CoS : eigentlich in HCl löslich, aber:



analog: Co_2S_3 ; deshalb lange kochen (wieder Ni^{2+} , Co^{2+}) und filtrieren, um Ni_2S_3 usw. loszuwerden.

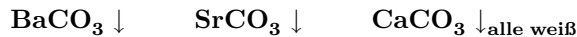
- (a) Kobaltnachweis: zu dem letzten Filtrat gebe man 1 ml Ether und führe (8) durch.
- (b) Nickelnachweis (vgl. (19)): Letztes Filtrat mit wenig *konz.* NH_3 ammoniakalisch machen, 3%–iges H_2O_2 zufügen, kochen und mit 2%–iger alkoholischer Dimethylglyoxim–Lösung versetzen. Es entsteht ein **roter** Niederschlag. Diesen Nachweis evtl. direkt aus der Ursubstanz durchführen.
- (c) Das Filtrat mit dem gelösten MnS und ZnS 10 Minuten kochen, abkühlen lassen, mit festem Na_2CO_3 abstumpfen ($pH = 2,5$) und diese Lösung rührend in eine Lösung aus 30%–iger $NaOH$ und 3%–iger H_2O_2 einfließen lassen. (Alkalisturz, $pH = 12-14$; vgl. 1.) Niederschlag abfiltrieren.

Filtrat \Rightarrow 2(c)ii

- i. Rückstand $MnO_2 \cdot aq \downarrow$
- Oxidationsschmelze; s. (17).
 - Darstellung mit Bleidioxid (s. auch Anhang): Wenig Niederschlag mit 1 Spatelspitze PbO_2 und mit 1 ml *konz.* HNO_3 versetzen, erwärmen und absitzen lassen. Bei Anwesenheit **Violett**färbung.
- ii. Filtrat stark eindampfen. Mit *Essigsäure* auf $pH = 5$ ansäuern und $(NH_4)_2S$ *angesäuert* zugeben. **Weißer Niederschlag ZnS**↓.

3. Die Ammoniumcarbonatgruppe

Filtrat aus 2. mit HCl ansäuern, das H_2S verkochen (dauert länger als 20 Minuten) und filtrieren (um Schwefel vollständig zu entfernen). Die erhaltene Lösung ist **farblos**. Mit wenig *konz.* NH_3 ammoniakalisch machen, mit überschüssiger $(NH_4)_2CO_3$ – Lösung versetzen und einige Minuten kochen. Dabei fallen folgende Carbonate aus, falls vorhanden:



Heiß filtrieren und mit heißem Wasser waschen.

Filtrat \Rightarrow 4.

Rückstand in wenig *verd.* *Essigsäure* lösen, mit 20 ml Wasser verdünnen, festes Natriumacetat zugeben (\Rightarrow Puffer). Nach Erhitzen mit heißer $K_2Cr_2O_7$ – Lsg. versetzen. Filtrieren, mit heißem Wasser waschen.

Filtrat \Rightarrow 3b.

- (a) Der Rückstand ist **gelbes** $BaCrO_4$ ↓. Man löse es in *verd.* HCl . Die Flammenfärbung ist **grün**.
- (b) Das gelbgefärbte Filtrat mit *verd.* NH_3 ammoniakalisch machen, und mit $(NH_4)_2CO_3$ – Lsg. kochen. Filtrieren, um Chromat loszuwerden. Rückstand nun in wenig *verd.* HCl lösen, aufteilen und folgende Nachweise durchführen:

- Strontiumnachweis:
Mit *gesättigter* CaSO_4 – Lsg. versetzen und stehenlassen. Es entsteht ein **weißer Niederschlag** $\text{SrSO}_4 \downarrow$. Niederschlag mit HCl befeuchten: Flammenfärbung karminrot.
- Calciumnachweis:
Filtrat mit *verd.* NH_3 ammoniakalisch machen und (7) durchführen.

4. Kalium und Natrium:

K^+ weist man durch (14) nach; Na^+ weist man durch (18) nach.

Nachtrag: $\text{Fe}(\text{OH})_3 \downarrow$ kann Manganionen einschließen. Daher kann unter Anwesenheit von Eisen der Mangannachweis mißlingen.

4 Verweise auf Anionen und Kationen

In diesem Abschnitt stehen die Verweise der einzelnen Haupt- und Nebengruppen auf die vorstehenden Nachweise.

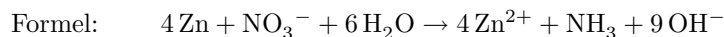
- **1. Hauptgruppe:** Alkalimetalle; siehe Lithium (15), Natrium (18), Kalium (14)
- **2. Hauptgruppe:** Erdalkalimetalle; siehe Magnesium (16), Calcium (7), Strontium (23), Barium (4)
- **3. Hauptgruppe:** siehe Bor (3), Aluminium (1)
- **4. Hauptgruppe:** siehe (9), Zinn (22), Carbonate (25), Blei (20)
- **5. Hauptgruppe:** siehe Arsen (2), Antimon (21), Bismut (5), Nitrate (30), Nitrite (31), Phosphate (33)
- **6. Hauptgruppe:** Chalkogene; siehe Sulfide (34), Sulfate (36), Thiosulfate (35), Verbindungen mit Sauerstoff
- **7. Hauptgruppe:** Halogene; siehe Brom (6), (24), Jod (13), (29), Chlor (27), Chlorate (26)
- **1. Nebengruppe:** siehe Kupfer (11)
- **6. Nebengruppe:** siehe Chrom (10), (28)
- **7. Nebengruppe:** siehe Mangan (17)
- **8. Nebengruppe:** siehe Eisen (12), Nickel (19), Kobalt (8)

A Verschiedene Darstellungen

In diesem Anhang habe ich einige Darstellungsreaktionen verschiedener chemischer Stoffe zusammengefaßt. Dieser Anhang ist nicht vollständig (und deshalb nur ein Anhang).

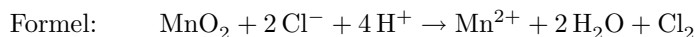
Chlorwasserstoff HCl Chlorwasserstoffgas stellt man dar, indem man Kochsalz mit Schwefelsäure versetzt. (Versuch 3.12)

Ammoniak Neben dem großtechnischen Haber–Bosch–Verfahren, bei dem Ammoniak aus den Elementen Stickstoff und Wasserstoff produziert wird, existiert noch folgende Möglichkeit (s. Versuch 5.8): In **alkalischer** Lösung reduzieren unedle Metalle wie Zink Nitrat zum Ammoniak. (also: Zn–Staub mit Salpetersäure übergießen und sofort mit Natronlauge versetzen.)



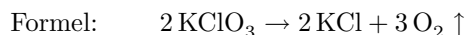
Fluor durch Schmelzflußelektrolyse.

Chlor im Labor aus Braunstein und Salzsäure.

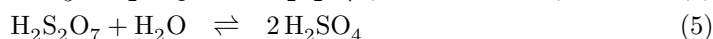
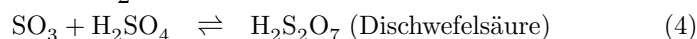


Sauerstoff • fraktionierte Destillation aus der Luft.

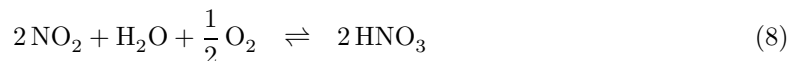
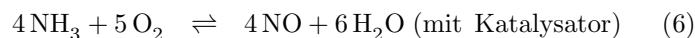
- Labor: aus Kaliumchlorat unter Erwärmung.



Schwefelsäure Kontaktverfahren. Gleichungen:



Salpetersäure Ostwald–Verfahren. Gleichungen:



Permanganat Oxidation mit Bleidioxid:

