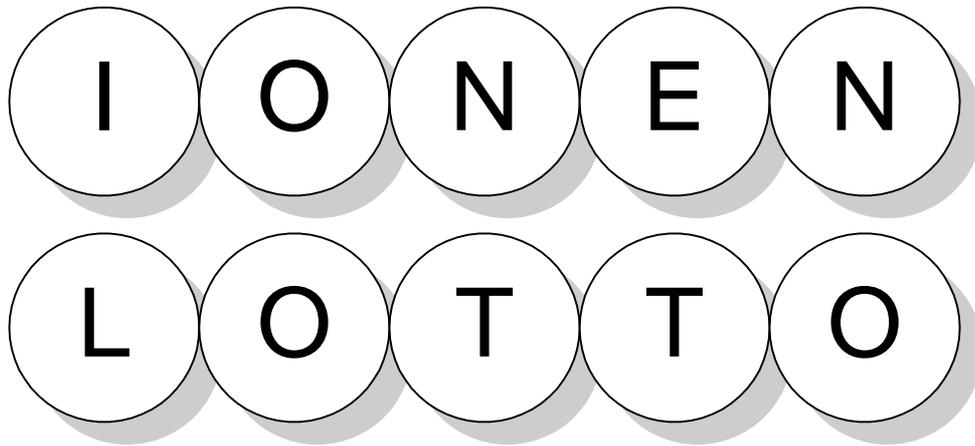


Ausgabe für das Jahr 2000



offizielle Version

Ein Skript von Ondrej Burkacky

Toxikologie von Oliver Schön

downloaded from:

[www.chemiestudent.de](http://www.chemiestudent.de)  
... wo Chemie noch Spaß macht 

(c) Ondrej Burkacky 1999-2000



## **Allgemeines Vorwort zum Skript**

Hallo lieber Leser! Ersteinmal danke, daß Du Dir das Skript besorgt hast, es wurde hergestellt, um zu vermeiden, daß weitere Generationen von heranwachsenden Chemikern aus Frust vom Ionenlotto das Studium hinschmeißen.

Das Skript ist analog zum Praktikum, wie es im Sommersemester 1999 über die Bühne ging, aufgebaut. Es beginnt mit einer kurzen Einführung, dann folgt schon die erste Gruppe und so weiter bis zur Gesamtanalyse, die sozusagen den Höhepunkt des Leids darstellt. Die Analysemethoden wurden so ausgewählt, daß sie in der Praxis relativ wirksam sind. Natürlich gibt es zuzüglich noch weitere Methoden, die mehr oder weniger im Jander-Blasius beschrieben werden, manche von diesen mögen unter gewissen Umständen auch brauchbar sein, es hat sich jedoch zum Leidwesen von uns allen gezeigt, daß man so manchen Nachweiß einfach vergessen kann.

Man sollte sich trotzdem das oben erwähnte Buch besorgen, denn alleine für die Vorbereitung vor den Kolloquien ist es unumgänglich. Des weiteren finden sich im Skript von Zeit zu Zeit Verweise, die sich auf die 14. Auflage beziehen, und dazu dienen sollten, genaueres nachzuschlagen oder andere Nachweise auszuprobieren.

Aber nun genug der Worte, das Praktikum ist anstrengend genug und so sollte man langsam anfangen, denn man will ja auch mal fertig sein...

P.S.: Solltet Ihr Anregungen oder Fehlerhinweise zu diesem Skript haben, so schreibt einfach eine Mail an [ionenlotto@chemiestudent.de](mailto:ionenlotto@chemiestudent.de).

## Allgemeine Hinweise

### Blindproben

Sie sind unumgänglich bei sehr vielen Versuchen, um den Fehler, der durch subjektive Wahrnehmung entsteht, weitestgehend zu reduzieren. So entscheidet die Blindprobe eher als der Nachbar ob das Rot nun wirklich das Rot ist oder nicht. Auch eignen sich Blindproben um festzustellen, ob ein Nachweis etwas taugt oder nicht, denn wenn dieser nicht einmal mit der Blindprobe funktioniert, ja dann ....

### Guter Kontakt zum Mixer

Obwohl es manche Studenten nicht glauben wollen ein Mixer ist auch nur ein Mensch und kann ab und zu Mitgefühl zeigen. Es kann auch mal vorkommen, daß er sich irrt, doch offiziell kommt dieses ja nicht vor.

### Aufschluß

So ziemlich das letzte, was man versuchen kann, wenn sich ein Zeug überhaupt nicht lösen will, selbst wenn man darauf gut einredet.

### Konzentration

Hier ist nicht so sehr die eigene sondern die der Stoffe im Mörser gemeint, denn sie ist meistens ein Faktor der gerne unterschätzt wird. So können manche Nachweise, die sonst wunderbar funktionieren bei einer geringen Konzentration an dem nachzuweisenden Stoff gänzlich versagen, oder unerwartete Ergebnisse liefern.

### Ionenverschleppung

Oder wieso konnte ich schon wieder Eisen nachweisen, obwohl es gar nicht drinnen ist. Tja, die Lösung dieses Problems ist die gefürchtete Ionenverschleppung, ein Problem der unsauberen Arbeitsgeräte. Leider ist die Lösung entweder ein gewisser Kapitalaufwand, mit dem man sich genügend Reagenzgläser und Pasteurpipetten kaufen kann, und diese nach der Benutzung wegschmeißt, oder die sorgfältige Reinigung. Zu diesem Zweck eignet sich ein Reagenzglasputzer einigermaßen, jedoch ist es geeigneter die Reagenzgläser gründlich auszuwaschen und dann im Ofen zu trocknen.

Erfahrungsgemäß geht auch eine große Gefahr von folgenden Chemikalien aus, die dazu neigen verunreinigt zu sein:  $\text{HNO}_3$  ( $\text{Cl}^-$  haltig), Chlor- und Bromwasser (zu lange offen  $\rightarrow$  Entweichen von  $\text{Br}_2$  und  $\text{Cl}_2$ ), Blutlaugensalz (Verschmutzung durch Eisen  $\rightarrow$  Nachweis immer positiv), festes KI (Gelbfärbung bei Verschmutzung),  $\text{AgNO}_3$  (Niederschlagsbildung)

### Besondere Chemikalien

Manche Chemikalien sind zwar im Saal nicht vorhanden, sie sind jedoch in der Ausgabe verfügbar:

#### Chemikalien-Wunschliste

|                  |                     |
|------------------|---------------------|
| Chloroform       |                     |
| Formaldehyd      |                     |
| Kieselsäure      | Fluorid-Nachweis    |
| Perchlorsäure    | Kaliumnachweis      |
| Schweflige Säure | Chlornachweis       |
| Festes KCN       | div. Fällungen      |
| L+ Weinsäure     |                     |
| Na-Rhodizonat    | Ba, Sulfat Nachweis |

## Begriffsdefinitionen

| Begriff              | Erklärung   |
|----------------------|---|
| Nachsubstanz         | <b>Nachschub</b> , also mehr Substanz derselben, leider wahrscheinlich unbekanntes Zusammenstellen                    |
| Wiederholung         | Ist die Angabe im Praktikumsheft falsch, muß man <b>wieder</b> von vorne anfangen                                     |
| + (Zahl)             | Heißt, daß man Ionen angegeben hatte, die sich nicht im Mörser befunden haben   |
| - (Zahl)             | Man hat Ionen, die man hatte, nicht angegeben   |
| Als Beispiel: +2, -1 | Zwei Ionen zuviel angegeben, und ein Ion fehlt. Mit anderen Worten: ein Ion ist gar nicht drinnen und eins ist falsch |

## Zeichenerklärung

In diesem Skript werden verschiedene Zeichen verwendet um das Zurechtfinden zu erleichtern

- ☺ Guter Nachweis, funktioniert sehr oft
- ☹ Störungen (meistens durch eventuelles Vorhandensein von anderen Chemikalien)
- ☞ Achtung, wichtiger Hinweis
- ☞ Schlecht funktionierender Nachweis (meistens nur bei Stoffen angegeben, für die es sonst keine besseren Nachweise gibt)
- † Vergiftungsgefahr
- ➔ Weiter, Folgepfeil, dann ...

**Ammonsulfid**

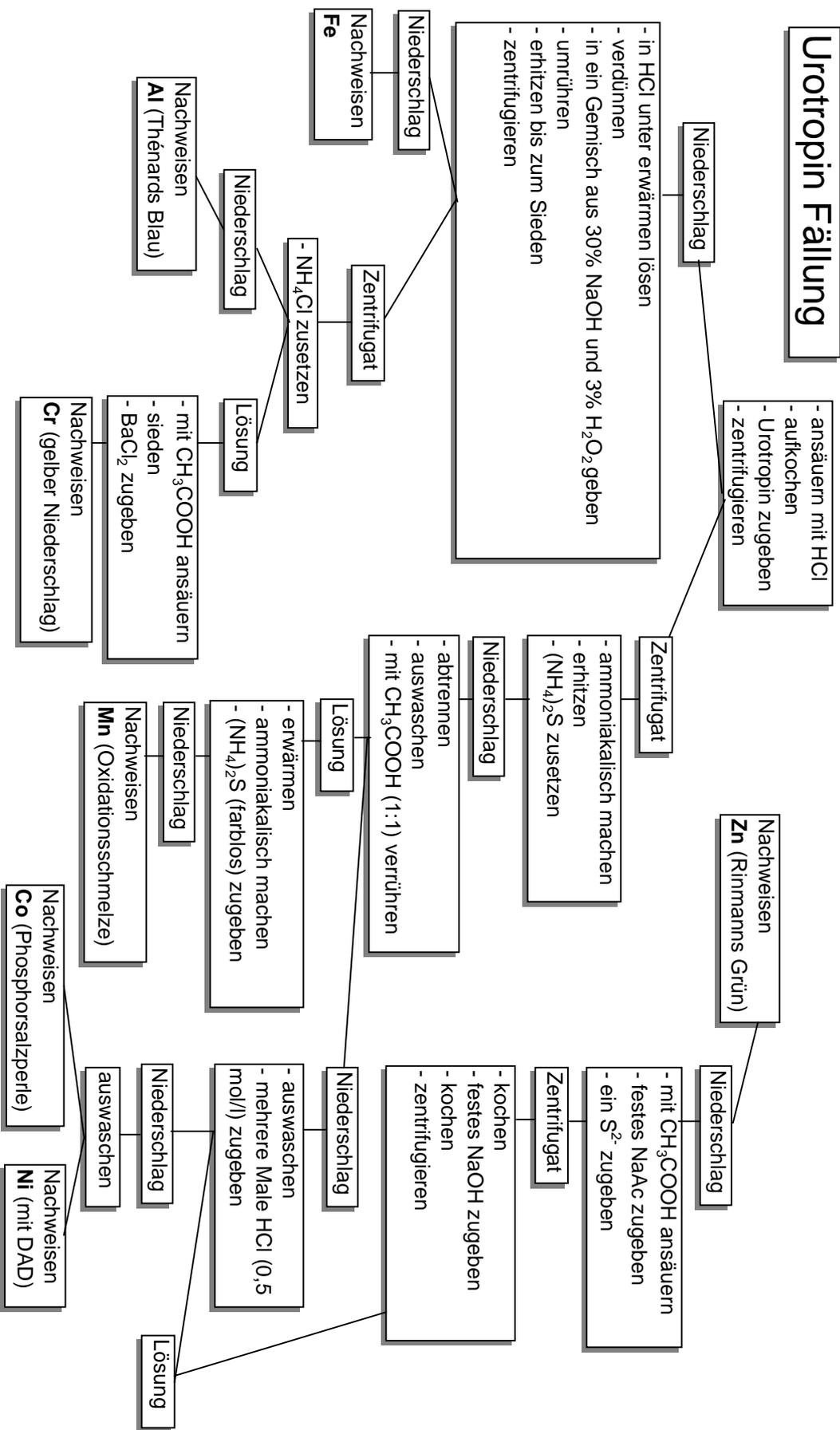
Kaum hat man überprüft, ob man wirklich auch alles in seiner Kiste hat, geht es schon los. Die erste Aufgabe ist noch relativ leicht, denn schließlich sollten die Störungen bei Einzelsubstanzen minimal sein. Allerdings wird einem da auch schon mal das Leben schwer gemacht, denn manchmal scheint das Zeug richtig resistent gegen jegliche Chemikalien zu sein. Ist dies der Fall so muß man leider auf folgende Aufschlüsse zurückgreifen:

| <b>Aufschlüsse (Seite 531)</b> |   |   |
|--------------------------------|---|---|
| Soda-Pottasche-Aufschluß       | Substanz mit der sechsfachen Menge $K_2CO_3$ und $Na_2CO_3$ in einem Tiegel vermischen und bis zum schmelzen erhitzen. Erkalte Schmelze mit $H_2O$ aufnehmen. | Geeignet für: $Al_2O_3$ , AgHal, Silicate |
| Saurer Aufschluß               | Substanz mit der sechsfachen Menge $KHSO_4$ verreiben und schmelzen. Weiter bis auf mäßig Rotglut erhitzen und mit verd. $H_2SO_4$ lösen.                     | Geeignet für: $Fe_2O_3$ , $TiO_2$         |
| Oxidationsschmelze             | Substanz mit der dreifachen Menge an $Na_2CO_3$ und $NaNO_3$ (1:1) verschmelzen.  | Geeignet für: $FeCr_2O_4$ , $Cr_2O_3$     |
| Freiberger Aufschluß           | Substanz mit der sechsfachen Menge an Schwefel und $Na_2CO_3$ (1:1) schmelzen.  | Geeignet für $SnO_2$                      |

Hat man seine Substanz erst einmal in Lösung gebracht, steht nichts mehr im Wege um die Nachweise auf den nächsten Seiten durchzuführen. Übrigens die Übersichtstabelle eignet sich vorzüglich zum ankreuzen ☺.

Ach ja einen sogenannten Urotropin Trennungsgang gibt es auch. Eine Grafik befindet sich auf der nächsten Seite. Es ist jedoch ziemlich schwierig diesen Trennungsgang sauber durchzuführen. Da die Nachweise dann sowieso in der selben Weise verlaufen wie die Einzelnachweise, und die Störungen nicht besonders ausgeprägt sind, sollte man sich selbst ein Bild davon machen ob der Trennungsgang sinnvoll ist (zumindest einmal sollte man ihn aber gemacht haben, den schließlich macht die Übung ja den Meister ☺).

# Urotropin Fällung





# Ammonsulfid

| Kationen                     | Nachweis  | Probe 1 | Probe 2 | Probe 3 |
|------------------------------|---|---------|---------|---------|
| Zn                           | mit Blutlaugensalz --> braun  |         |         |         |
| Mn                           | in HNO <sub>3</sub> ansäuern, PbO <sub>2</sub> zugeben, erhitzen, violett |         |         |         |
| Fe                           | Blutlaugensalz -> blau, KSCN -> rot                                       |         |         |         |
| Cr                           | Phosphorsalzperle: grün   |         |         |         |
| Al                           | mit Morin, fluoresziert   |         |         |         |
| Co                           | P-Perle: blau, mit NaNO <sub>2</sub> +NH <sub>4</sub> Ac -> gelb          |         |         |         |
| Ni                           | mit Dimethylglyoxim -> rot, nicht voluminös                               |         |         |         |
| NH <sub>4</sub> <sup>+</sup> | mit NaOH, angefeuchtetes Indikatorpapier->blau                            |         |         |         |

| Anionen                       | Nachweis   | Probe 1 | Probe 2 | Probe 3 |
|-------------------------------|--|---------|---------|---------|
| Cl <sup>-</sup>               | mit AgNO <sub>3</sub> als weißes AgCl ausfällen                |         |         |         |
| SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup> | mit Ba(OH) <sub>2</sub> als weißes BaSO <sub>4</sub> ausfällen |         |         |         |
| NO <sub>3</sub> <sup>-</sup>  | mit Lunge  |         |         |         |
| CO <sub>3</sub> <sup>2-</sup> | als BaCO <sub>3</sub> im CO <sub>2</sub> Nachweisgerät         |         |         |         |

## Zink

(Seite 412)

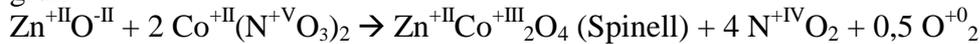
**Vorkommen:** Zinkblende ZnS

**Verwendung:** Verzinken (Schutz anderer Metalle)

**Oxidationsstufen:** + II

**Nachweise:**

☞ *Rinmanns Grün*: Ursubstanz und sehr wenig  $\text{Co}(\text{NO}_3)_2$  in der Oxidationsflamme glühen → grün



## Mangan

(Seite 406)

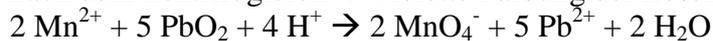
**Vorkommen:** Braunstein  $\text{MnO}_2$ , Manganspat  $\text{MnCO}_3$

**Verwendung:** in Legierungen, Braunstein als Depolarisator in Batterien

**Oxidationsstufen:** +I, +II, +IV, +VI, +VII

**Nachweise:**

Probelösung mit konz.  $\text{HNO}_3$  versetzen und  $\text{PbO}_2$  zugeben, einige Zeit erhitzen. Spätestens nach dem Zentrifugieren → violette Färbung der Lösung



⊗ Probleme: Ionen, die  $\text{MnO}_4^-$  wieder reduzieren ( $\text{I}^-$ ,  $\text{Cl}^-$  ... – können aber mit  $\text{AgNO}_3$  ausgefällt werden)

## Eisen

(Seite 415)

**Vorkommen:** Roteisenstein  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ , Magnet Eisenstein  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ , Eisenspat  $\text{FeCO}_3$ , Pyrit  $\text{FeS}_2$

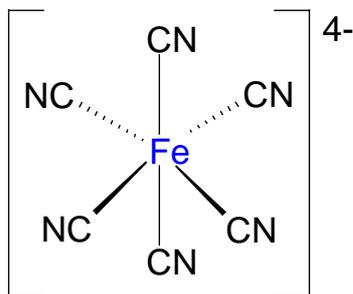
**Verwendung:** Gußeisen, Stahl

**Oxidationsstufen:** +II, +III

**Nachweise:** (auf einer Tüpfelplatte durchführbar)

☉ *Berliner Blau* bzw. *Turnbulls Blau*

Probelösung mit  $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$  bzw. mit  $\text{K}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6]$  versetzen, es tritt eine blaue Färbung ein (bzw. braun bei  $\text{Fe}^{+III}$ )



☉ *Als Eisenthiocyanat*

Probelösung mit  $\text{KSCN}$  versetzen → rot



## Chrom

(Seite 429)

**Vorkommen:** Rotbleierz  $\text{PbCrO}_4$ , Chromeisenstein  $\text{FeCr}_2\text{O}_4$

**Verwendung:** Metallüberzug

**Oxidationsstufen:** +III, +VI

**Nachweise:**

*Phosphorsalzperle* → smaragdgrün

$\text{NaNH}_4\text{HPO}_4 \rightarrow \text{NaPO}_3 + \text{NH}_3 + \text{H}_2\text{O}$

## Aluminium

(Seite 432)

**Vorkommen:** Alumosilikate, rotes Bauxit

**Verwendung:** Hoch-, Industrie- und Apparatebau

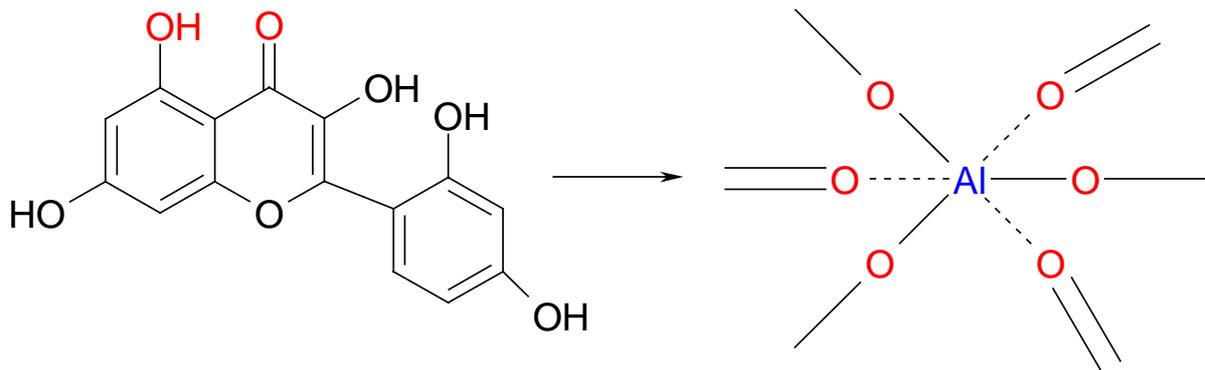
**Oxidationsstufen:** +III

**Nachweise:**

☞ *Thénards Blau:* Ursubstanz und sehr wenig  $\text{Co}(\text{NO}_3)_2$  in der Oxidationsflamme glühen → blau

$\text{Al}^{+III}_2\text{O}^{-II}_3 + \text{Co}^{+II}(\text{N}^{+V}\text{O}_3)_2 \rightarrow 2 \text{N}^{+IV}\text{O}_2 + 0,5 \text{O}^0_2 + \text{Co}^{+II}\text{Al}^{+III}_2\text{O}_4$  (Spinell)

☺ *Fluoreszenz mit Morin:* essigsaurer Probelösung auf einer Tüpfelplatte (Spinell) mit Morin versetzen und unter einer UV-Lampe betrachten → Fluoreszenz (unbedingt Blindprobe anschauen!)



Morin (Dichelatligand)

## Cobalt

(Seite 403)

**Vorkommen:** Speiscobalt  $\text{CoAs}_3$ , Kobaltglanz  $\text{CoAsS}$

**Verwendung:** Spezialstähle und Legierungen

**Oxidationsstufen:** +II, +III

**Nachweise:**

*Phosphorsalzperle:* blau

*Als* ( $\text{K}, \text{NH}_4$ ) $_3[\text{Co}(\text{NO}_2)_6]$ : essigsaurer Probelösung mit Ammoniumacetat ( $\text{NH}_4\text{CH}_3\text{COO}$ ) und Kaliumnitrit (oder  $\text{NaNO}_2$ ) versetzen → gelber Niederschlag (Ethanol erhöht die Empfindlichkeit der Reaktion)

$\text{Co}^{2+} + 7 \text{NO}_2^- + 2 \text{H}^+ \rightarrow [\text{Co}(\text{NO}_2)_6]^{3-} + \text{NO} + \text{H}_2\text{O}$

## Nickel

(Seite 400)

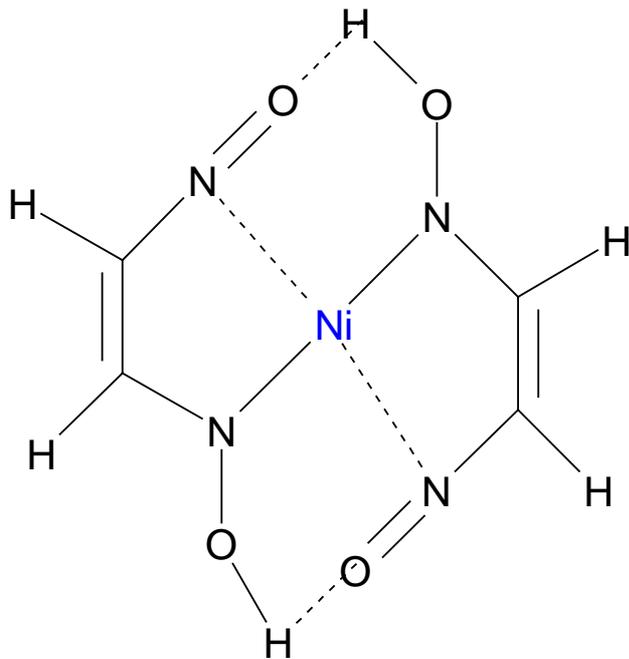
**Vorkommen:** Gelbnickelkies NiS, Rotnickelkies NiAs

**Verwendung:** Legierungsbestandteil

**Oxidationsstufen:** +II, +III

**Nachweise:**

Mit *Dimethylglyoxim* → rot, nicht voluminös ☹ Eisen stört durch Bildung eines roten voluminösen Niederschlags, kann aber durch reichliche Zugabe von NaF maskiert werden.





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

Es gibt zwar einen ziemlich gut beschriebenen Trennungsgang, jedoch ist es zum Teil sehr schwierig diesen sauber durchzuführen. Es empfiehlt sich daher sich nur auf das Einleiten von H<sub>2</sub>S zu beschränken und die Farbe(n) zu beobachten. Die weiteren Nachweise führt man am besten als Einzelnachweise.

### **Wie leitet man H<sub>2</sub>S ein?**

Man füllt ein zu opferndes Reagenzglas mit der fertigen Mischung und verschließt es mit einem Gummistopfen, durch den man zuvor einen Glasstab durchgesteckt hat. An diesen Stab steckt man einen kurzen Gummischlauch an und am anderen Ende von diesem steckt man eine Pasteurpipette rein. Und fertig ist das stinkige Ding.

Nun braucht man nur das Reagenzglas zu erwärmen und das Ende der Pasteurpipette in das Reagenzglas mit der Probelösung einzutauchen.

Auf den nächsten Seiten sind auch die Fällungen mit Reagenzien wie NaOH, NH<sub>3</sub> usw. beschrieben. Diese eignen sich nicht unbedingt als Proben bei der Trennung, sondern sind zum Großteil nur bei Einzelsubstanzen aussagekräftig. Ist dies nicht der Fall, das heißt, wenn sich die Proben doch als Einzelnachweise eignen, wird darauf durch einen ☺ hingewiesen.

# H<sub>2</sub>S Trennung

| Kationen                     | Nachweis   | Probe 1 | Probe 2 | Probe 3 |
|------------------------------|--|---------|---------|---------|
| Zn                           | mit Blutlaugensalz --> braun   |         |         |         |
| Mn                           | in HNO <sub>3</sub> ansäuern, PbO <sub>2</sub> zugeben, erhitzen, violett        |         |         |         |
| Fe                           | Blutlaugensalz -> blau, KSCN -> rot  |         |         |         |
| Cr                           | Phosphorsalzperle: grün  |         |         |         |
| Al                           | mit Morin, fluoresziert  |         |         |         |
| Co                           | P-Perle: blau, mit NaNO <sub>2</sub> +NH <sub>4</sub> Ac -> gelb                 |         |         |         |
| Ni                           | mit Dimethylglyoxim -> rot, nicht voluminös                                      |         |         |         |
| NH <sub>4</sub> <sup>+</sup> | mit NaOH, angefeuchtetes Indikatorpapier->blau                                   |         |         |         |
| Ag                           | Pfennig  |         |         |         |
| Hg                           | Pfennig, mit NH <sub>3</sub> schwarz   |         |         |         |
| Pb                           | mit H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> als PbSO <sub>4</sub> ausfällen oder Dithizon |         |         |         |
| Bi                           | HNO <sub>3</sub> sauer + Oxim + KI(fest) --> orange                              |         |         |         |
| Cd                           | mit H <sub>2</sub> S gelber voluminöser Niederschlag                             |         |         |         |
| Cu                           | mit NH <sub>3</sub> und NaOH blau  |         |         |         |
| Sn                           | Glühröhrchenprobe  |         |         |         |
| As                           | Marshe Probe, löslich in NH <sub>3</sub> + H <sub>2</sub> O <sub>2</sub>         |         |         |         |
| Sb                           | Marshe Probe   |         |         |         |

| Anionen                       | Nachweis                | Probe 1 | Probe 2 | Probe 3 |
|-------------------------------|-------------------------|---------|---------|---------|
| Cl <sup>-</sup>               | mit AgNO <sub>3</sub>   |         |         |         |
| SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup> | mit Ba(OH) <sub>2</sub> |         |         |         |
| NO <sub>3</sub> <sup>-</sup>  | mit Lunge               |         |         |         |
| CO <sub>3</sub> <sup>2-</sup> | als CO <sub>2</sub>     |         |         |         |

## Quecksilber

(Seite 470)

**Vorkommen:** Zinnober HgS

**Verwendung:** in physikalischen Apparaturen

**Oxidationsstufen:** +I, +II

**Toxizität:** elementares Hg und seine Verbindungen sind sehr giftig

**Nachweise:**

☺ *Pfennig Probe:* Cu überzieht sich bei Anwesenheit von Hg mit einem silbernem Überzug.

Wurde zum Verdünnen Königswasser gebraucht, muß man HNO<sub>3</sub> zuerst verkochen und dann mit HCl aufnehmen

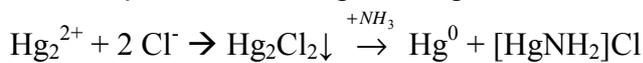


**NaOH:** *schwarzer* (+I) oder *gelber* (+II) Niederschlag, schwerlöslich im Überschuß des Fällungsmittels, löslich in HNO<sub>3</sub>

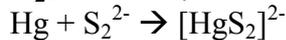


**NH<sub>3</sub>:** *schwarzer* Niederschlag

**HCl:** *weißer* Niederschlag, bei Zugabe von NH<sub>3</sub> tiefschwarz



**H<sub>2</sub>S:** *schwarz*



**KI:** *roter* Niederschlag ☺



## Blei

(Seite 474)

**Vorkommen:** Bleiglanz PbS

**Verwendung:** z.B. Akkumulatorplatten

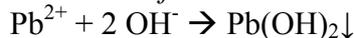
**Oxidationsstufen:** meistens +II

**Toxizität:** täglich 1-2mg sind toxisch

**Nachweise:**

Pb fällt mit H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> als schwerlösliches PbSO<sub>4</sub>

**NaOH:** *weißer* Niederschlag, löslich in Säuren und starken Basen

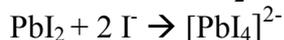


**NH<sub>3</sub>:** *weißer* Niederschlag ( [Pb(OH)<sub>2</sub>] ) schwerlöslich im Überschuß

**HCl:** *weiß*, kristallin, in Hitze löslich (PbCl<sub>2</sub>)

**H<sub>2</sub>S:** *schwarz* (PbS)

**KI:** *gelber* Niederschlag ☺, löslich im Überschuß



## Bismut

(Seite 477)

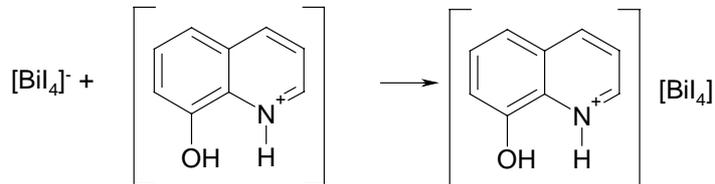
**Vorkommen:** Bismutglanz  $\text{Bi}_2\text{S}_3$

**Verwendung:** Legierungen

**Oxidationsstufen:** meistens +III

**Nachweise:**

☺  $\text{HNO}_3$  saure Probelösung + Oxim + KI(fest) → orange



**NaOH:** weißer Niederschlag

**NH<sub>3</sub>:** weißer Niederschlag, gelb beim Kochen  
(jeweils  $\text{Bi}(\text{OH})_3 \rightarrow \text{BiO}(\text{OH})$ )

**H<sub>2</sub>S:** braunschwarzer Niederschlag, löslich in konzentrierten Säuren ( $\text{Bi}_2\text{S}_3$ )

**KI:** schwarz, im Überschuß gelb ( $\text{BiI}_3 + \text{I}^- \rightarrow [\text{BiI}_4]^-$ )

## Kupfer

(Seite 481)

**Vorkommen:** Kupferkies  $\text{CuFeS}_2$ , Kupferglanz  $\text{Cu}_2\text{S}$

**Verwendung:** elektrischer Leiter

**Oxidationsstufen:** meistens +II

**Toxizität:** giftig für Mikroorganismen, für Menschen nur gering

**Nachweise:**

Nachweis mit  $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6] \rightarrow$  brauner Niederschlag

$\text{Cu}^{2+} + [\text{Fe}(\text{CN})_6]^{4-} \rightarrow \text{Cu}_2[\text{Fe}(\text{CN})_6] \downarrow$

**NaOH:** bläulicher Niederschlag ☺, beim Erhitzen schwarz

$\text{Cu}(\text{OH})_2$  (erhitzen)  $\rightarrow \text{CuO} + \text{H}_2\text{O}$

**NH<sub>3</sub>:** bläulich ☺

$\text{Cu}^{2+} + 4 \text{NH}_3 \rightarrow [\text{Cu}(\text{NH}_3)_4]^{2+}$

**H<sub>2</sub>S:** schwarz ( $\text{CuS}$ ,  $\text{Cu}_2\text{S}$ )

**KI:** braun, violette Ioddämpfe

$2 \text{Cu}^{2+} + 4 \text{I}^- \rightarrow 2 \text{CuI} \downarrow + \text{I}_2$

## Cadmium

(Seite 486)

**Vorkommen:** ständiger Begleiter des Zink, reine Cd-Mineralien selten

**Verwendung:** Metallüberzug zum Korrosionsschutz

**Oxidationsstufen:** +II

**Toxizität:** Cd-Ionen sind wesentlich giftiger als Zinkverbindungen

**Nachweise:**

**NaOH:** weißer Niederschlag, schwerlöslich im Überschuß ( $\text{Cd}(\text{OH})_2$ )

**NH<sub>3</sub>:** weißer Niederschlag, löslich im Überschuß ( $[\text{Cd}(\text{NH}_3)_6]^{2+}$ )

**H<sub>2</sub>S:** gelber (postkutschengelber) ☺ bis braungelber Niederschlag, löslich in halbkonz. Säuren ( $\text{CdS}$ )

## Arsen

(491)

**Vorkommen:** geringe Mengen in sulfidischen Erzen

**Verwendung:** Legierung, Gift

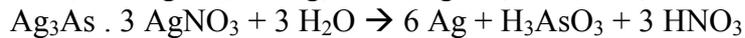
**Oxidationsstufen:** +III, +IV und +V

**Toxizität:** starkes Gift

**Nachweise:** *Marshsche Probe*



*Gutzsche Probe* (Seite 493)



**H<sub>2</sub>S:** gelber Niederschlag (As<sub>2</sub>S<sub>3</sub>)

## Antimon

(Seite 497)

**Vorkommen:** in Silbererzen erhalten

**Verwendung:** Legierungen

**Oxidationsstufen:** +III, +V

**Nachweise:** *Marshsche Probe* (Sb löst sich nicht)

Ag<sup>+</sup> und NH<sub>3</sub>: nach einer Zeit scheidet sich schwarzbraunes Silber ab

**H<sub>2</sub>S:** orangefarbener Niederschlag, löslich in Alkalilauge, konz. HCl

Mit I<sub>2</sub> (Seite 500)

☹ mit Fe-Nagel: es scheiden sich schwarze Flocken ab (nicht nur bei Sb)

## Zinn

(Seite 502)

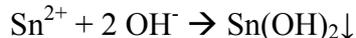
**Vorkommen:** Zinnstein SnO<sub>2</sub>

**Verwendung:** Weißblech, Legierungen

**Oxidationsstufen:** +II, +IV

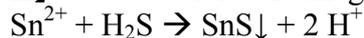
**Nachweise:**

**NaOH:** weißer Niederschlag, löslich in Säuren und im Überschuß des Fällungsmittels, beim Kochen in stark alkalischer Lösung fällt schwarzes metallisches Zinn aus



**NH<sub>3</sub>:** weißer Niederschlag, im Überschuß schwerlöslich ( Sn(OH)<sub>2</sub> )

**H<sub>2</sub>S:** brauner Niederschlag, löslich in konz. HCl (verschiebt das GG nach links)



## Silber

(Seite 516)

**Vorkommen:** Silberglanz  $\text{Ag}_2\text{S}$

**Verwendung:** elektr. Leiter, Schmuck

**Oxidationsstufen:** +I, auch +III und +II

**Nachweise:**

*Pfennig Probe:* schwarzer Überzug

**NaOH:** *brauner* Niederschlag, schwerlöslich im Überschuß, löslich in Säuren



**NH<sub>3</sub>:** *brauner* Niederschlag im Überschuß löslich ( $\text{Ag}_2\text{O}$ )

**H<sub>2</sub>S:** *schwarzer* Niederschlag, löslich in  $\text{HNO}_3$  ( $\text{Ag}_2\text{S}$ )

**Cl<sup>-</sup>:** *dunkelviolette* Färbung (nach einiger Zeit) ( $\text{AgCl}$ )

## Anionen Vorproben

1. Prüfen auf **Cyanid**: statistisch gesehen können Cyanid nur wenige Leute riechen, für diese ist aber der Geruch unverwechselbar und somit eignen sie sich besonders gut als Nachweis ☺. Ansonsten kann man auch den Nachweis als Berliner Blau durchführen (Abzug!)
2. Bei Vorhandensein von Cyanid unbedingt Gefahrenhinweise lesen (☠ Lebensgefahr)
3. Substanz im Abzug mit  $\text{H}_2\text{SO}_4$  konz. versetzen: Dämpfe beobachten

|                 |                                       |
|-----------------|---------------------------------------|
| Violette Dämpfe | Iod → weiter bei 4                    |
| Braune Dämpfe   | Brom oder nitrose Gase → weiter bei 5 |

4. Die Substanz enthält **Iod**, man sollte trotzdem vorsichtshalber auf **Iodat** prüfen. Des weiteren kann man nun  $\text{BrO}_3^-$  und  $\text{ClO}_3^-$  wegen einer möglichen Redoxreaktion ausschließen. Man trennt nun Iod mit Chloroform und  $\text{KMnO}_4$  ab und prüfe die überstehende Lösung (sie sollte fast farblos sein, die untere Phase violett) auf **Bromid**.
5. Lunge Nachweis durchführen, fällt er negativ aus, so enthält die Substanz entweder Bromid oder Bromat. Ist der Lunge Nachweis positiv so führt man ihn nochmals ohne Zink Zugabe aus. Eine Rotfärbung deutet diesmal deutlich auf  $\text{NO}_2^-$ .  $\text{NO}_3^-$  kann aber immer noch anwesend sein.
6. Man bereite sich eine  $\text{Fe}(\text{SCN})_3$ -Lösung aus  $\text{FeCl}_3$  und  $\text{KSCN}$  zu und prüft ob die Probelösung diese entfärbt. Ist dies der Fall, dann beinhaltet die Substanz wahrscheinlich entweder **Fluorid** oder **Phosphat**. Somit muß man den Thiocyanitnachweis mit  $\text{Co}(\text{NO}_3)_2$  durchführen.
7. Man führt den Boratnachweis aus. Die Flammenfärbung verrät einiges.

|         |                        |
|---------|------------------------|
| grün    | Borat oder Barium      |
| violet  | Iod                    |
| braun   | Brom oder nitrose Gase |
| rot     | Lithium                |
| violett | Kalium                 |
| gelb    | Natrium                |

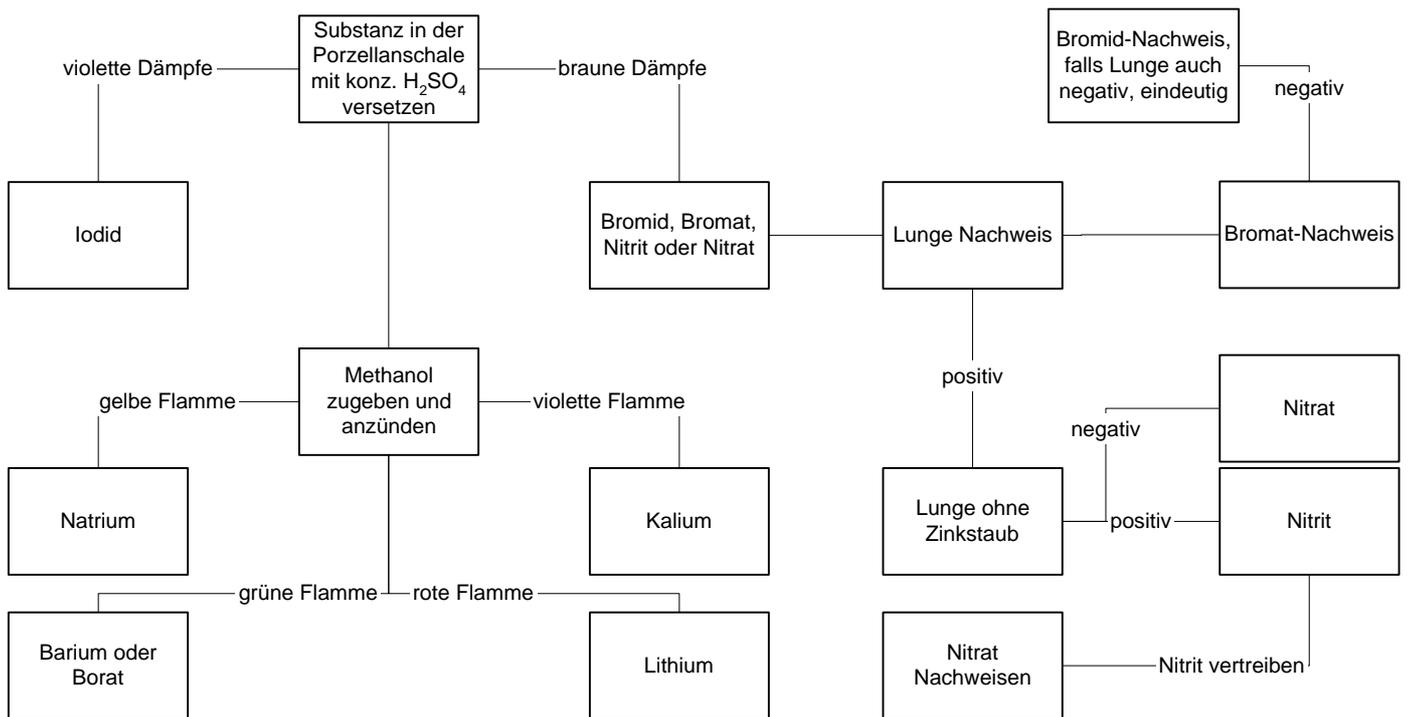
Sollte die Substanz zudem noch nach  $\text{H}_2\text{S}$  stinken, beinhaltet die Probe auch Sulfid oder Thiosulfat.

8. Zuerst schwach, dann stark mit  $\text{HNO}_3$  ansäuern und mit  $\text{AgNO}_3$  fällen

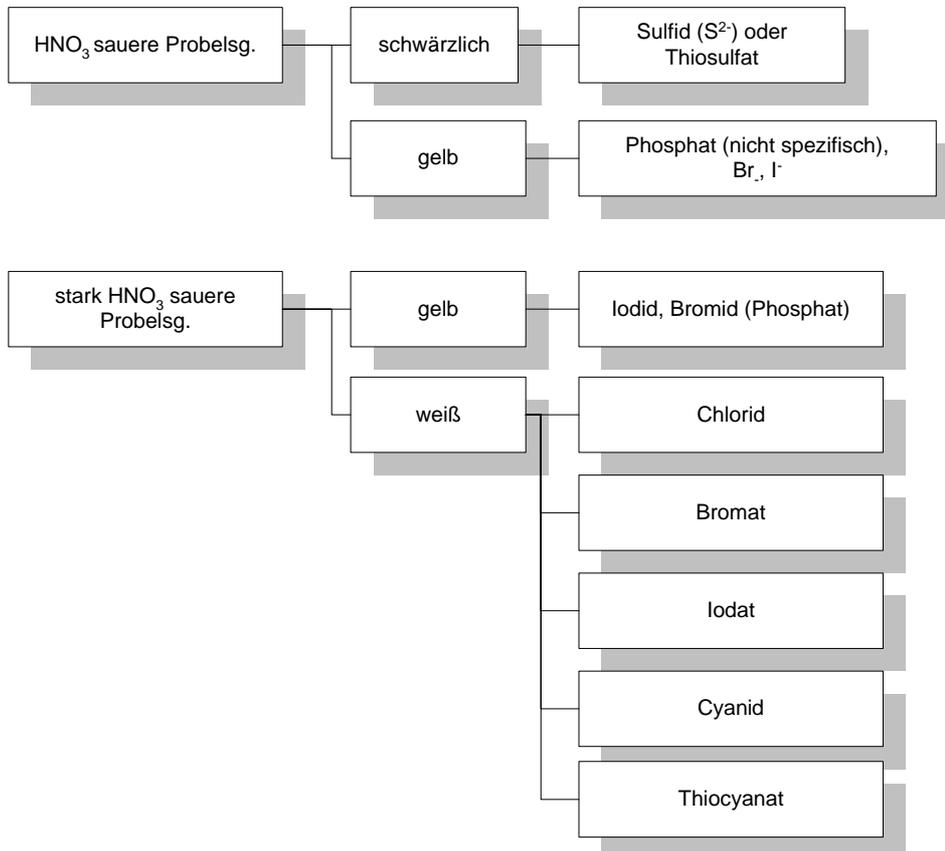
|                            |  |
|----------------------------|--|
| weißer Niederschlag        | sagt fast nichts aus   |
| gelber Niederschlag        | Iodid (käsiger gelber Niederschlag), Bromid, Phosphat  |
| schwärzlicher Niederschlag | Kann von $\text{S}^{2-}$ oder $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$ stammen, verschwindet beim stärkeren Ansäuern mit $\text{HNO}_3$   |
| ☺ kein Niederschlag        | Komisch, aber möglich: die Probe beinhaltet kein $\text{Cl}^-$ , $\text{CN}^-$ , $\text{BrO}_3^-$ , $\text{IO}_3^-$ , $\text{SCN}^-$ (wären alle weiß ausgefallen), weiters kein $\text{Br}^-$ , $\text{I}^-$ , $\text{PO}_4^{3-}$ (wären gelb ausgefallen) und auch kein $\text{S}^{2-}$ oder $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$ |

9. eine weitere Probelösung mit  $\text{HCl}$  ansäuern und  $\text{BaCl}_2$  oder  $\text{Ba}(\text{OH})_2$  zugeben. Sollte ein Niederschlag ausfallen, dann handelt es sich höchstwahrscheinlich um  $\text{BaSO}_4$ ,  $\text{Ba}(\text{SiF}_6)$  (sollte durch kochen verschwinden) oder  $\text{BaF}_2$  (verschwindet mit konz.  $\text{HCl}$ )

## Proben aus der Ursubstanz



## Fällen mit $\text{AgNO}_3$

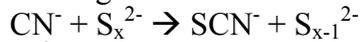


**CN<sup>-</sup>** † (Seite 356)

**Nachweis als Berliner Blau:** Probelösung + FeSO<sub>4</sub> Lsg. + FeCl<sub>3</sub> Lsg. in HCl → grünlichblaue bis tiefblaue Färbung



**Nachweis als Fe(SCN)<sub>3</sub>:** Probelsg. + NH<sub>4</sub>S (gelb) → eindampfen → FeCl<sub>3</sub> in HCl → Rotfärbung zeigt SCN<sup>-</sup>- bzw. CN<sup>-</sup>- an ⊕ Störungen: F<sup>-</sup> und PO<sub>4</sub><sup>3-</sup> entfärben Fe(SCN)<sub>3</sub>, diese Störung kann man aber auch als Nachweis für eben diese Ionen benutzen

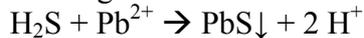
**SCN<sup>-</sup>** (Seite 361)

**Mit Co(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>:** Bildung vom löslichen blauen Co(SCN)<sub>2</sub> (ausschüttelbar mit Ether)

**Mit FeCl<sub>3</sub>-Lsg.:** Probe schwach mit HNO<sub>3</sub> ansäuern, FeCl<sub>3</sub> im Überschuß zugeben → Bildung von rotem in Ether löslichen Fe(SCN)<sub>3</sub> ⊕ Störungen: siehe CN<sup>-</sup>

**S<sup>2-</sup>** (Seite 298)

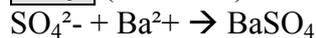
Mit HCl oder H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> → H<sub>2</sub>S Geruch oder durch ein in PbAc getränktes Filterpapier (→ Bildung vom schwarzen PbS)

**SO<sub>3</sub><sup>2-</sup>** (Seite 303)

➤ In eine Lsg. aus Natriumpentacyanotrosylferrat und ZnSO<sub>4</sub> wird die neutrale Probe zugegeben → blaßrot → rot

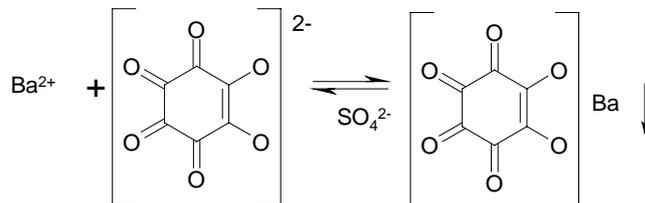


➤ Neutralisierte Lsg. + einige ml Formaldehyd + 1 Tropfen Phenolphthaleinlsg. → Indikator nach tiefrot (Vorsicht: zuerst testen ob der Indikator nicht schon alleine umschlägt)

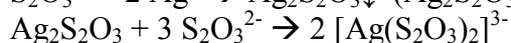
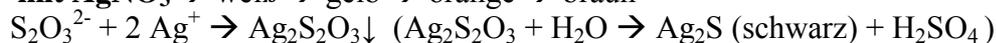
**SO<sub>4</sub><sup>2-</sup>** (Seite 306)

Einer HCl-sauere-Lsg. BaCl<sub>2</sub> oder Ba(OH)<sub>2</sub> zusetzen (es kann auch Ba[SiF<sub>6</sub>] ausfallen, dieses ist aber in heißer konz. HCl löslich)

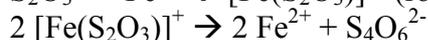
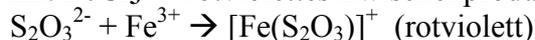
☺ Entfärbung von Bariumrhodizonat (Seite 640): Die Lösung aus Na-rhodizonat und Ba<sup>2+</sup> wird entfärbt

**S<sub>2</sub>O<sub>3</sub><sup>2-</sup>** (Seite 309)

**mit AgNO<sub>3</sub>** → weiß → gelb → orange → braun



**mit FeCl<sub>3</sub>** → rotviolett Zwischenprodukt → Violett färbung (Unterschied zu SO<sub>3</sub><sup>2-</sup>)



**PO<sub>4</sub><sup>3-</sup>** (Seite 340f)

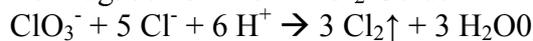
- Nachweis als Zr<sub>3</sub>(PO<sub>4</sub>)<sub>4</sub>: mit ZrOCl<sub>2</sub> entsteht ein weißer flockiger Niederschlag (☞ eine Trübung ist kein Niederschlag, meistens muß man eine Weile warten oder erwärmen, danach bildet sich ein sehr zähflüssiger weißer Niederschlag)
  - ☞ Als Ammoniummolybdophosphat: salpetersaure Lsg. → erwärmen, in der Kälte Reagenzlg. zugeben → gelber Niederschlag (Fällung kann man durch einen Tropfen NH<sub>3</sub> beschleunigen) ☹ Kieselsäure kann stören, sollte allerdings beim Kochen verschwinden, AsO<sub>4</sub><sup>3-</sup> stört
- $$\text{HPO}_4^{3-} + 23 \text{H}^+ + 3 \text{NH}_4^+ + 12 \text{MoO}_4^{2-} \rightarrow (\text{NH}_4)_3[\text{P}(\text{Mo}_3\text{O}_{10})_4] \cdot \text{aq} \downarrow + 12 \text{H}_2\text{O}$$

**Cl<sup>-</sup>** (Seite 270)

- ☞ der AgCl Niederschlag wird filtriert; 1 ml K<sub>3</sub>[Fe(CN)<sub>6</sub>]-Lsg. und wenige Tropfen NH<sub>3</sub> werden zugesetzt. Bei Anwesenheit von Cl<sup>-</sup> überzieht sich der Niederschlag mit einer braunen Schicht.
- $$\text{AgCl} + 2 \text{NH}_3 \rightarrow [\text{Ag}(\text{NH}_3)_2]^+ + \text{Cl}^-$$
- $$3 [\text{Ag}(\text{NH}_3)_2]^+ + [\text{Fe}(\text{CN})_6]^{3-} \rightarrow \text{Ag}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6] + 6 \text{NH}_3$$
- mit AgNO<sub>3</sub> fällen, abzentrifugieren, mit einer gesättigten (NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>-Lsg. digerieren (untermischen), AgBr und AgI gehen nicht in Lösung, Cl<sup>-</sup> dagegen schon, ein Teil der Lösung wird abgesaugt (mit Pasteurpipette) und mit AgNO<sub>3</sub> auf Cl<sup>-</sup> geprüft → weißer am Licht allmählich rosafarbener Niederschlag

**ClO<sub>3</sub><sup>-</sup>** (Seite 275)

Bei Zugabe von HCl → Cl<sub>2</sub> Geruch



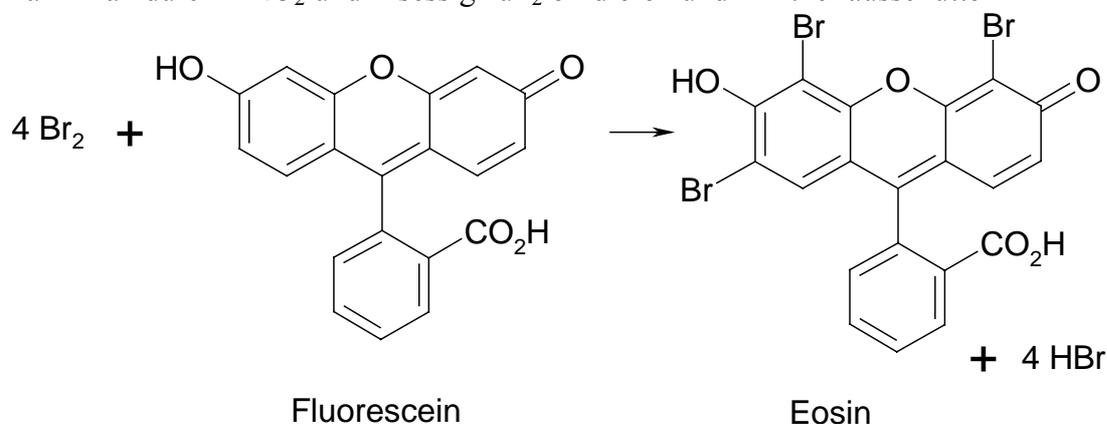
☺ ☞ ☞ Verreiben mit elementarem Schwefel → es kracht ☹ ähnliche Reaktion: Bromat

**BrO<sub>3</sub><sup>-</sup>** (Seite 282)

☺ Mit MnSO<sub>4</sub> und H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> → Rotfärbung (verblaßt bei Raumtemperatur allmählich, es bildet sich dann ein brauner Niederschlag – Mn<sup>+IV</sup>O<sub>2</sub> · x H<sub>2</sub>O)

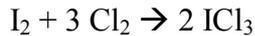
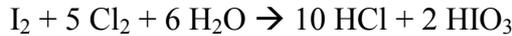
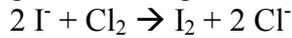
**Br<sup>-</sup>** (Seite 646 bzw. 280)

☺ ☞ Nachweis durch Bildung von Eosin: Probelösung + Fluorescein + (Eisessig + 30%ig H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 1:1), auf einer Porzellanschale eindampfen → roter Fleck. ☹ Störungen: Iod: braunrot, kann man durch KNO<sub>2</sub> und Eisessig zu I<sub>2</sub> oxidieren und in Ether ausschütteln



**I<sup>-</sup>** (Seite 284)

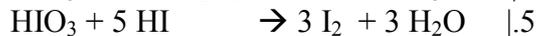
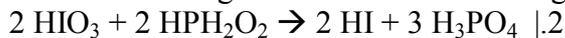
mit **AgNO<sub>3</sub>** → richtig gelber Niederschlag (AgI), in HNO<sub>3</sub> **und** in Ammoniak schwer löslich  
**Nachweis mit Chlorwasser:** mit verd. H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> angesäuerte und mit CHCl<sub>3</sub> (Chloroform) unterschichtete Lsg. wird tropfenweise mit Chlorwasser versetzt. Die organische Phase färbt sich violett (I<sub>2</sub>). Ist Br<sup>-</sup> anwesend tritt nach violett braun (kann ausfallen) und schließlich eine gelbe Färbung ein.



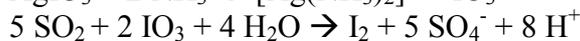
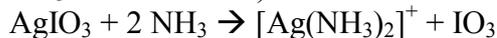
**Vertreibung von I<sub>2</sub>:** mit KNO<sub>2</sub> in schwefelsauerer Lsg.

**IO<sub>3</sub><sup>-</sup>** (Seite 287)

➤ mit Phosphinsäure (hypophosphorige Säure – HPH<sub>2</sub>O<sub>2</sub>) → nach 2 bis 3 Minuten Zugabe von Stärkelösung → deutliche Blaufärbung



➤ Reaktion mit **AgNO<sub>3</sub>**: der AgIO<sub>3</sub> Niederschlag wird in Ammoniak gelöst, die Lösung abgesaugt, bei tropfenweiser Zugabe von H<sub>2</sub>SO<sub>3</sub> scheidet sich gelbes AgI ab (dieses ist in NH<sub>3</sub> schwer löslich)



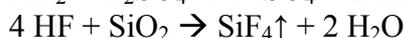
**O<sub>2</sub><sup>2-</sup>** (Seite 293)

K<sub>2</sub>Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub> Lsg. mit H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> + einige ml Ether → kühlen im Eiswasser → Probelsg. vorsichtig an der Wand einlaufen lassen → blauer Ring



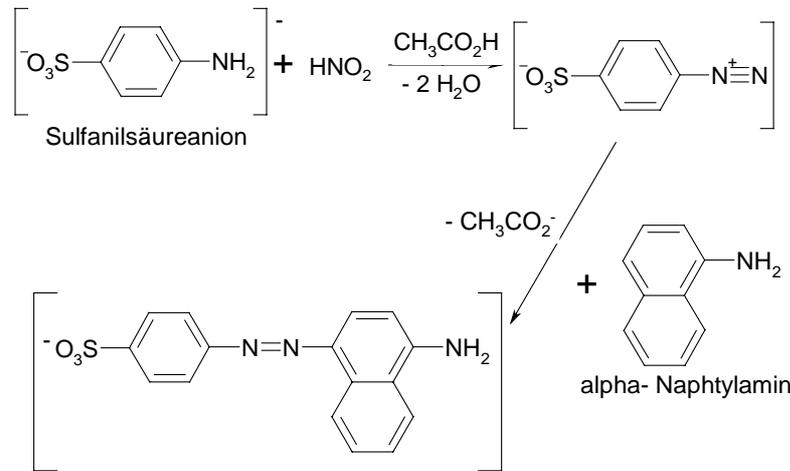
**F<sup>-</sup>** (Seite 262)

➤ **Ätzprobe:** in einem Bleitiegel wird die Probelsg. mit konz. H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> übergossen. Der Tiegel wird mit einem Objektträger abgedeckt. Bei vorsichtiger Erwärmung wird das Glas durch HF angeätzt.

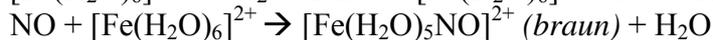
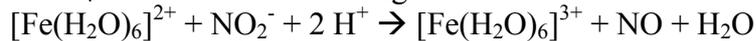
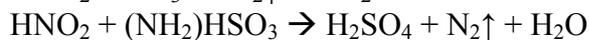
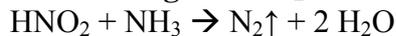


➤ **Wassertropfenprobe:** Probe + Kieselsäure im Bleitiegel vermischen, H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> konz. zugeben, mit einem Deckel mit Loch abdecken, mit H<sub>2</sub>O angefeuchtetes schwarzes Filterpapier drauflegen, erwärmen. Ein **kräftig** weißer Fleck deutet auf F<sup>-</sup> hin.

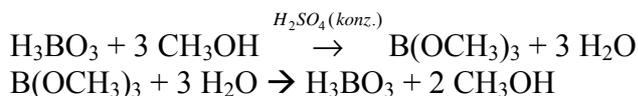
➤ **Kriechprobe:** Probe in einem trockenem Reagenzglas mit H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> konz. versetzen, beim Umschütteln läuft die Flüssigkeit nicht mehr an der Wand des Reagenzglases herunter, sondern 'kriecht' vielmehr (am besten Blindprobe machen) ☞ das Reagenzglas nicht nochmal für diesen Nachweis verwenden

**NO<sub>3</sub><sup>-</sup>** (Seite 331)☺ Lunge (Sulfanilsäure + α-Naphtylamin) + Zn-Staub, NO<sub>2</sub><sup>-</sup> ergibt dieselbe Reaktion**NO<sub>2</sub><sup>-</sup>** (Seite 328)

Lunge, funktioniert auch ohne Zugabe von Zn-Staub

FeSO<sub>4</sub> in **schwach** saurer Lsg. → braun**Vertreibung von NO<sub>2</sub><sup>-</sup>** : mit NH<sub>3</sub>, (NH<sub>2</sub>)HSO<sub>3</sub> oder Harnstoff (NH<sub>2</sub>)<sub>2</sub>CO**SiO<sub>3</sub><sup>2-</sup>** (Seite 366)

- **Wassertropfenprobe**: analoge Durchführung wie bei F<sup>-</sup>, aber mit CaF<sub>2</sub> statt Kieselsäure
- Stark verdünnte Probelsg. wird schnell mit viel HNO<sub>3</sub> angesäuert und die klare Lsg. mit viel Ammoniummolybdatslg. versetzt → es tritt eine Gelbfärbung auf ⊕ PO<sub>4</sub><sup>3-</sup> stört: Niederschlag abfiltrieren, die im Filtrat verbliebenen Molybdophosphate mit 1%iger Oxalsäure zerstören → schwach erwärmen → Kieselsäure nach einigem Warten nachweisen

**BO<sub>3</sub><sup>2-</sup>** (Seite 371)☺ Nachweis durch **Flammenfärbung**: Die Probe wird in einer Porzelschale mit konz. H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> und Methanol versetzt und angezündet. Eine deutlich grüne Flamme deutet auf BO<sub>3</sub><sup>2-</sup> hin.



# ANIONEN

| Anionen                     | Nachweis   | Probe 1 | Probe 2 | Probe 3 |
|-----------------------------|--|---------|---------|---------|
| $\text{CN}^-$               | Nachweis als Berliner Blau   |         |         |         |
| $\text{SCN}^-$              | mit $\text{Co}(\text{NO}_3)_2$ --> blau  |         |         |         |
| $\text{S}^{2-}$             | mit $\text{HCl}$ $\text{H}_2\text{S}$ Geruch, $\text{PbAc}$ -Papier -->schwarz                   |         |         |         |
| $\text{SO}_3^{2-}$          | Lsg. + Formaldehyd + Phenoptalein --> rot  |         |         |         |
| $\text{SO}_4^{2-}$          | Entfärbung von Bariumrhodizonat  |         |         |         |
| $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$ | mit $\text{FeCl}_3$ --> Violettfärbung   |         |         |         |
| $\text{PO}_4^{3-}$          | mit $\text{ZrOCl}_2$ --> weißer flockiger Niederschlag   |         |         |         |
| $\text{Cl}^-$               | $\text{AgNO}_3$ , $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$ , wieder $\text{AgNO}_3$                          |         |         |         |
| $\text{Br}^-$               | Lsg. + Fluorescein +(Eisessig+ $\text{H}_2\text{O}_2$ )->eindampfen->rot                         |         |         |         |
| $\text{I}^-$                | violette Dämpfe,Lsg.+ $\text{H}_2\text{SO}_4$ + $\text{CHCl}_3$ +Chlorwasser->violett            |         |         |         |
| $\text{ClO}_3^-$            | Verreiben mit elementarem Schwefel --> es kracht   |         |         |         |
| $\text{BrO}_3^-$            | Mit $\text{MnSO}_4$ und $\text{H}_2\text{SO}_4$ --> Rotfärbung                                   |         |         |         |
| $\text{O}_2^{2-}$           | $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ + $\text{H}_2\text{SO}_4$ +Ether-->kühlen +Lsg. -> blauer Ring |         |         |         |
| $\text{IO}_3^-$             | Lsg. + $\text{AgNO}_3$ , in $\text{NH}_3$ lösen + $\text{H}_2\text{SO}_3$ -> gelbes AgI          |         |         |         |
| $\text{F}^-$                | Ätzprobe, Kriechprobe, Wassertropfenprobe  |         |         |         |
| $\text{SiO}_3^{2-}$         | Wassertropfenprobe   |         |         |         |
| $\text{BO}_3^{3-}$          | + $\text{H}_2\text{SO}_4$ +Methanol -> grüne Flamme  |         |         |         |
| $\text{CO}_3^{2-}$          | $\text{CO}_2$ Nachweisgerät  |         |         |         |
| $\text{NO}_2^-$             | Lunge, mit $\text{FeSO}_4$ in schwach saurer Lsg. -->braun                                       |         |         |         |
| $\text{NO}_3^-$             | Lunge  |         |         |         |

| Kationen        | Nachweis   | Probe 1 | Probe 2 | Probe 3 |
|-----------------|--|---------|---------|---------|
| $\text{Na}^+$   | Flammenfärbung: gelb                                   |         |         |         |
| $\text{K}^+$    | Flammenfärbung: violett, fällt mir $\text{HClO}_4$ aus |         |         |         |
| $\text{Li}^+$   | Flammenfärbung: rot                                    |         |         |         |
| $\text{NH}_4^+$ | + $\text{NaOH}$ -> alkalisch                           |         |         |         |

## Gesamtanalyse

Spätestens an diesem Punkt hat man jede Analyse satt, aber keine Angst, überraschenderweise ist die Gesamtanalyse normalerweise nicht so schwer wie es anfänglich aussieht. Die Vorgangsweise ist im allgemeinen auch klar: bei den Anionen fängt man oben in der Liste an und arbeitet sich langsam nach unten vor. Bei den Kationen empfiehlt es sich in eine  $\text{HNO}_3$  saure Lösung  $\text{HCl}$  einzutropfen. Sollte sich ein weißer Niederschlag bilden, so liegt der Verdacht nahe, daß die Lösung  $\text{Hg}$ ,  $\text{Pb}$  oder  $\text{Ag}$  beinhaltet. Sollte sich kein Niederschlag bilden, dann kann man normalerweise eben diese Substanzen mit ziemlicher Sicherheit ausschließen. Danach sollte man in die überstehende Lösung  $\text{H}_2\text{S}$  einleiten und wie gehabt die Farben beobachten. Für die noch übrigen Kationen hat sich erfahrungsgemäß herausgestellt, daß die Einzelnachweise schneller und genauer gehen als jeglicher Trennungsgang. Nun aber viel Spaß...

# Gesamtanalyse

| Kationen                     | Nachweis   | Probe 1 | Probe 2 | Probe 3 |
|------------------------------|--|---------|---------|---------|
| Zn                           | mit Blutlaugensalz --> braun   |         |         |         |
| Mn                           | in HNO <sub>3</sub> ansäuern, PbO <sub>2</sub> zugeben, erhitzen, violett        |         |         |         |
| Fe                           | Blutlaugensalz -> blau, KSCN -> rot  |         |         |         |
| Cr                           | Phosphorsalzperle: grün  |         |         |         |
| Al                           | mit Morin, fluoresziert  |         |         |         |
| Co                           | P-Perle: blau, mit NaNO <sub>2</sub> +NH <sub>4</sub> Ac -> gelb                 |         |         |         |
| Ni                           | mit Dimethylglyoxim -> rot, nicht voluminös                                      |         |         |         |
| NH <sub>4</sub> <sup>+</sup> | mit NaOH, angefeuchtetes Indikatorpapier->blau                                   |         |         |         |
| Ag                           | Pfennig  |         |         |         |
| Hg                           | Pfennig, mit NH <sub>3</sub> schwarz   |         |         |         |
| Pb                           | mit H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> als PbSO <sub>4</sub> ausfällen oder Dithizon |         |         |         |
| Bi                           | HNO <sub>3</sub> sauer + Oxim + KI(fest) --> orange                              |         |         |         |
| Cd                           | mit H <sub>2</sub> S gelber voluminöser Niederschlag                             |         |         |         |
| Cu                           | mit NH <sub>3</sub> und NaOH blau  |         |         |         |
| Sn                           | Glühröhrchenprobe  |         |         |         |
| As                           | Marshe Probe, löslich in NH <sub>3</sub> + H <sub>2</sub> O <sub>2</sub>         |         |         |         |
| Sb                           | Marshe Probe   |         |         |         |
| Na                           | Flammenfärbung: gelb   |         |         |         |
| K                            | Flammenfärbung: violett, fällt mir HClO <sub>4</sub> aus                         |         |         |         |
| Li                           | Flammenfärbung: rot  |         |         |         |

| Anionen                                     | Nachweis   | Probe 1 | Probe 2 | Probe 3 |
|---|--|---------|---------|---------|
| CN <sup>-</sup>                             | Nachweis als Berliner Blau   |         |         |         |
| SCN <sup>-</sup>                            | mit Co(NO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> --> blau   |         |         |         |
| S <sup>2-</sup>                             | mit HCl H <sub>2</sub> S Geruch, PbAc-Papier -->schwarz  |         |         |         |
| SO <sub>3</sub> <sup>2-</sup>               | Lsg. + Formaldehyd + Phenophtalein --> rot   |         |         |         |
| SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup>               | Entfärbung von Bariumrhodizonat  |         |         |         |
| S <sub>2</sub> O <sub>3</sub> <sup>2-</sup> | mit FeCl <sub>3</sub> --> Violettfärbung   |         |         |         |
| PO <sub>4</sub> <sup>3-</sup>               | mit ZrOCl <sub>2</sub> --> weißer flockiger Niederschlag   |         |         |         |
| Cl <sup>-</sup>                             | AgNO <sub>3</sub> , (NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> , wieder AgNO <sub>3</sub>                     |         |         |         |
| Br <sup>-</sup>                             | Lsg. + Fluorescein +(Eisessig+H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> )->eindampfen->rot                                     |         |         |         |
| I <sup>-</sup>                              | violette Dämpfe,Lsg.+H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> +CHCl <sub>3</sub> +Chlorwasser->violett                       |         |         |         |
| ClO <sub>3</sub> <sup>-</sup>               | Verreiben mit elementarem Schwefel --> es kracht   |         |         |         |
| BrO <sub>3</sub> <sup>-</sup>               | Mit MnSO <sub>4</sub> und H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> --> Rotfärbung  |         |         |         |
| O <sub>2</sub> <sup>2-</sup>                | K <sub>2</sub> Cr <sub>2</sub> O <sub>7</sub> +H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> +Ether-->kühlen +Lsg. -> blauer Ring |         |         |         |
| IO <sub>3</sub> <sup>-</sup>                | Lsg. +AgNO <sub>3</sub> , in NH <sub>3</sub> lösen + H <sub>2</sub> SO <sub>3</sub> -> gelbes AgI                  |         |         |         |
| F <sup>-</sup>                              | Ätzprobe, Kriechprobe, Wassertropfenprobe  |         |         |         |
| SiO <sub>3</sub> <sup>2-</sup>              | Wassertropfenprobe   |         |         |         |
| BO <sub>3</sub> <sup>3-</sup>               | +H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> +Methanol -> grüne Flamme  |         |         |         |
| CO <sub>3</sub> <sup>2-</sup>               | CO <sub>2</sub> Nachweisgerät  |         |         |         |
| NO <sub>2</sub> <sup>-</sup>                | Lunge, mit FeSO <sub>4</sub> in schwach saurerer Lsg. -->braun   |         |         |         |
| NO <sub>3</sub> <sup>-</sup>                | Lunge  |         |         |         |

## Prüfungsanalyse

Endlich ist er gekommen, der Tag der Entscheidung, der letzte Tag. Frisch ausgeschlafen sollte man sich schnell ans Werk machen, denn schließlich hat man normalerweise nur einen Nachmittag Zeit. Aber keine Angst, die Analysen sind genau vordefiniert und zwar nicht vom Mixer sondern vom Chef persönlich und es hat sich herausgestellt, daß dieser es wirklich versteht einen vor lösbare Probleme zu stellen.

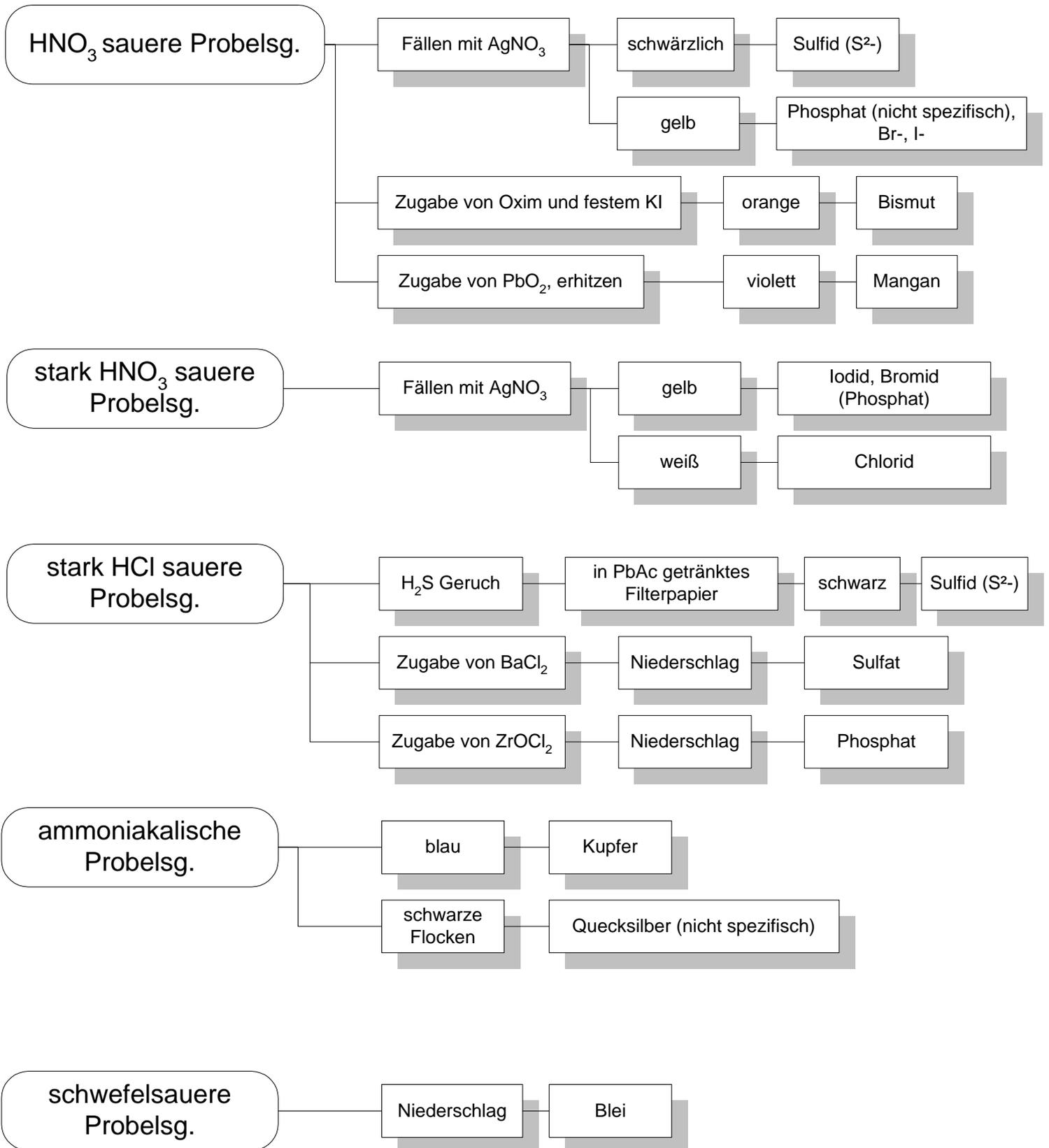
Die Analyse selbst ist analog zu der Gesamtanalyse, jedoch können viel weniger Ionen drinnen sein. Deshalb habe ich mir eine Art Trennungsgang überlegt, der die Arbeit rationalisieren kann, da man sich nur eine gewisse Anzahl von Lösungen herstellen muß. Ihr findet eine graphische Übersicht auf den nächsten Seiten.

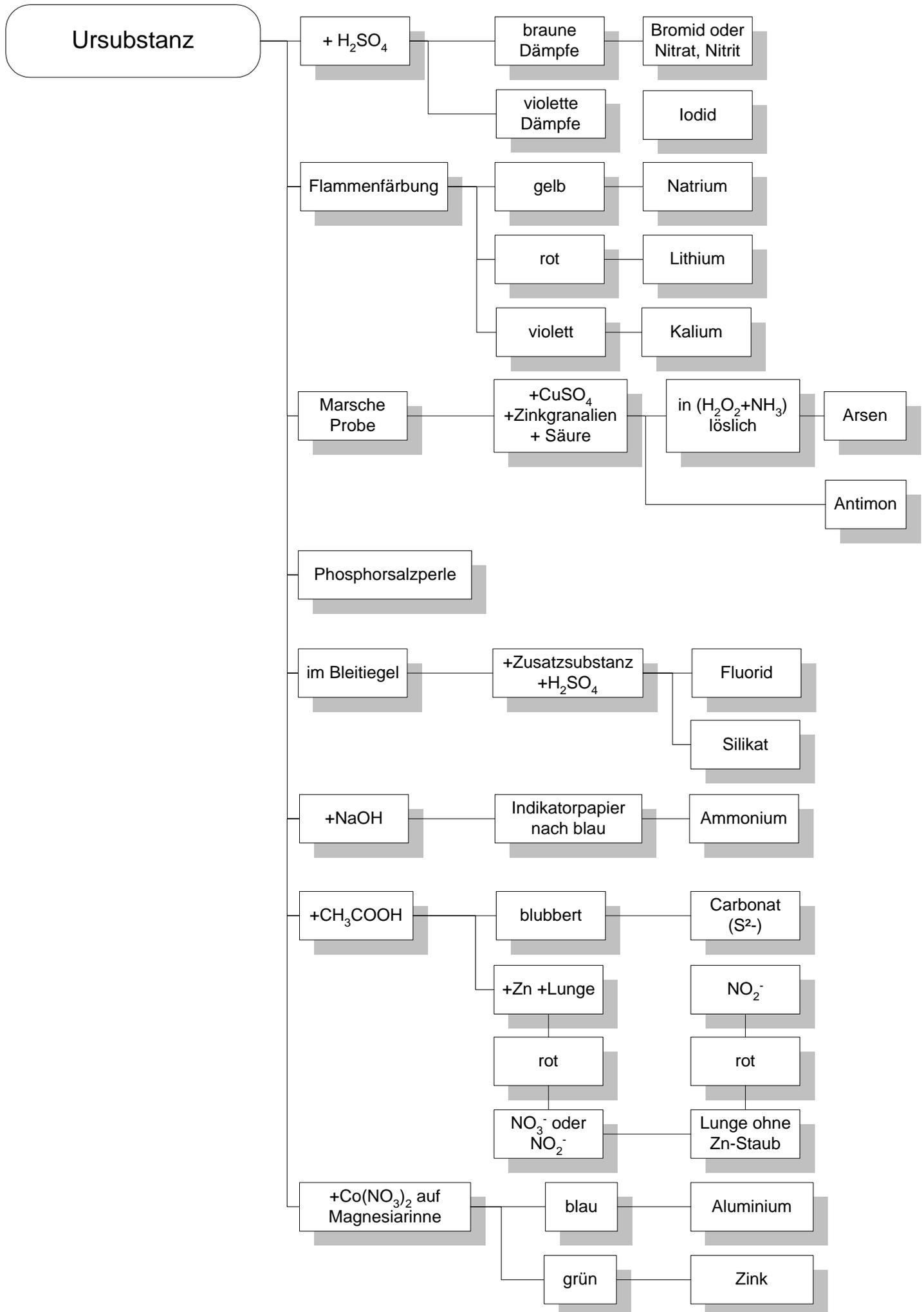
Vielleicht noch ein paar Worte zur Bewertung: die Analysesubstanz beinhaltet sechs Ionen. Es müssen entweder fünf, sechs oder sieben bei der Abgabe angegeben werden. Für jedes  $+x$  oder  $-x$  wird die Note abgesenkt. Hat man alles richtig, kriegt man eine 0,7; dann wird über 1,0; 2,0 und 3,0 bis 4,0 abgestuft. 4,0 ist die schlechteste Note, die man erhalten kann, war man noch schlechter muß man die Prüfungsanalyse noch einmal machen. Man sieht leicht, daß es sich durchaus empfiehlt z.B. das sechste Ion nicht anzugeben, falls man sich darüber nicht ganz sicher ist, da man falls die anderen fünf richtig sind eine 1,0 kriegt. Ist das sechste Ion falsch und die anderen fünf richtig, gibt es nur eine 2,0.

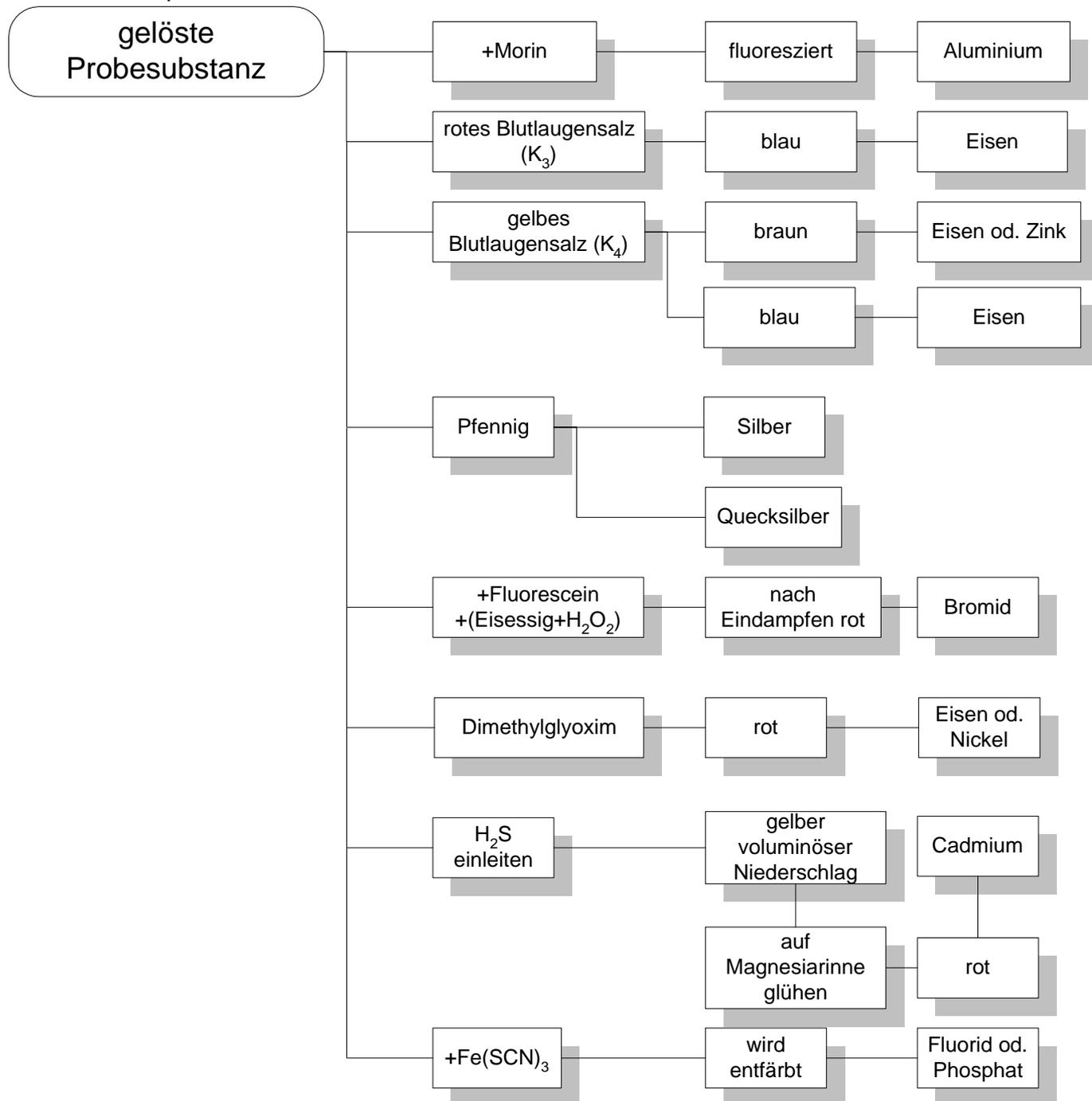
Wie dem auch sei, normalerweise sollten fast alle die Prüfungsanalyse gleich beim ersten Anlauf schaffen und letztendlich kommt es auf die Note auch nicht so an ☺ .

| Kationen                     | Nachweis   |
|------------------------------|--|
| Zn <sup>2+</sup>             | mit Blutlaugensalz --> braun   |
| Mn <sup>2+</sup>             | in HNO <sub>3</sub> ansäuern, PbO <sub>2</sub> zugeben, erhitzen, violett        |
| Fe <sup>2+/3+</sup>          | Blutlaugensalz -> blau, KSCN -> rot  |
| Cr <sup>2+</sup>             | Phosphorsalzperle: grün  |
| Al <sup>3+</sup>             | mit Morin, fluoresziert  |
| Co <sup>2+</sup>             | P-Perle: blau, mit NaNO <sub>2</sub> +NH <sub>4</sub> Ac -> gelb                 |
| Ni <sup>2+</sup>             | mit Dimethylglyoxim -> rot, nicht voluminös                                      |
| NH <sub>4</sub> <sup>+</sup> | mit KOH, basisch   |
| Ag <sup>+</sup>              | Pfennig  |
| Hg <sup>2+</sup>             | Pfennig, mit NH <sub>3</sub> schwarz   |
| Pb <sup>2+</sup>             | mit H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> als PbSO <sub>4</sub> ausfällen oder Dithizon |
| Bi <sup>3+</sup>             | HNO <sub>3</sub> sauer + Oxim + KI(fest) --> orange                              |
| Cd <sup>2+</sup>             | mit H <sub>2</sub> S gelber voluminöser Niederschlag                             |
| Cu <sup>2+</sup>             | mit NH <sub>3</sub> und NaOH blau  |
| Sn <sup>4+</sup>             |  |
| As <sup>3+</sup>             | Marshe Probe, löslich in (NH <sub>3</sub> + H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> )      |
| Sb <sup>3+</sup>             | Marshe Probe   |
| Na <sup>+</sup>              | Flammenfärbung: gelb   |
| K <sup>+</sup>               | Flammenfärbung: violett, fällt mir HClO <sub>4</sub> aus                         |
| Li <sup>+</sup>              | Flammenfärbung: rot  |

| Anionen                        | Nachweis   |
|--------------------------------|--|
| Cl <sup>-</sup>                | AgNO <sub>3</sub> , (NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> , wieder AgNO <sub>3</sub> |
| Br <sup>-</sup>                | Lsg. + Fluorescein +(Eisessig+H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> )-->eindampfen-->rot               |
| I <sup>-</sup>                 | violette Dämpfe, Lsg.+H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> +CHCl <sub>3</sub> +Chlorwasser-->violett |
| F <sup>-</sup>                 | Ätzprobe, Kriechprobe, Wassertropfenprobe  |
| SiO <sub>3</sub> <sup>2-</sup> | Wassertropfenprobe   |
| NO <sub>2</sub> <sup>-</sup>   | Lunge, mit FeSO <sub>4</sub> in schwach saurerer Lsg. -->braun                                 |
| NO <sub>3</sub> <sup>-</sup>   | Lunge  |
| PO <sub>4</sub> <sup>3-</sup>  | mit ZrOCl <sub>2</sub> --> weißer flockiger Niederschlag                                       |
| CO <sub>3</sub> <sup>2-</sup>  | CO <sub>2</sub> Nachweisgerät  |
| SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup>  | Entfärbung von Bariumrhodizonat  |
| S <sup>2-</sup>                | mit HCl H <sub>2</sub> S Geruch, PbAc-Papier -->schwarz  |









## Toxikologie des Ionenlottos

Der folgende Abschnitt ist lediglich „nice to know“ und keine Pflicht, verlängert aber unter Umständen das Leben durch Senkung der Risiken, insbesondere des Krebsrisikos.

Zuerst einmal sollte erwähnt werden, daß praktisch alle in diesem Praktikum verwendeten Chemikalien und Analysen mehr oder weniger giftig sind.

Dies gilt insbesondere für die „Chemikerversion“, aber auch in gehörigem Maße für Biologen und Pharmazeuten.

Im folgenden soll auf einige Stoffe und Stoffgruppen eingegangen werden.

### Schwefelwasserstoff

Das Gas ist in niedriger Konzentration (noch nicht gefährlich, aber unangenehm) recht gut „wahrzunehmen“, betäubt aber in höherer (gefährlicher) Konzentration die Geruchsnerve! Es ist hochtoxisch, daher immer im Abzug arbeiten!

Nebenbei: **Thioacetamid** ist hochgradig krebserregend, also auch nicht die tollste Alternative, wenn vorhanden.

### Quecksilber, Blei, Cadmium

Sind typische Schwermetalle, Vergiftungen mit ihnen äußern sich angeblich in so netten Symptomen wie Senilität und Haarausfall. Beim Arbeiten mit diesen Verbindungen sind Handschuhe zu empfehlen, außerdem sollte es bei Quecksilber wenn möglich vermieden werden das Metall durch Reduktion elementar darzustellen, da seinen Dämpfe bekanntermaßen ebenfalls stark giftig sind.

### Chrom und Chromate

Sie gelten als krebserregend.

### Arsen(Antimon)

**Alle Arsenverbindungen sind giftig!**

Besonders heimtückisch sind die Wasserstoffverbindungen von Arsen und Antimon. Diese bei Reduktion mit Zink und HCl (Marsche Probe) oder durch ähnliche Vorgänge entstehenden Gase sind wesentlich giftiger als Schwefelwasserstoff und erst in Konzentrationen wahrnehmbar, die schon nach kurzer Zeit ernste Schäden oder den Tod hervorrufen. Beim Bemerkens eines knoblauchartigen Geruchs sofort raus!!

### Cyanid

Das Ansäuern cyanidhaltiger Lösungen sollte tunlichst unterlassen werden, da hierbei HCN (Blausäure)-Entwicklung eintritt. Das Gas hat, wie die entsprechenden Salze einen charakteristischen Geruch, der die zweifelsfreie Identifikation erlaubt. Leider können ca. 30-50% der Menschen ihn genetisch bedingt nicht wahrnehmen, der Rest erkennt ihn nach dem Erstkontakt garantiert wieder. Cyanide hemmen im Körper ein Enzym das für die Zellatmung benötigt wird, man erstickt also von innen (und läuft später in der Leichenhalle blau an → Blausäure).

### Thallium, Beryllium

Diese zwei Metalle waren früher im Praktikum anzutreffen, sind aber momentan gestrichen. Thallium kommt vor allem als Sulfat vor, welches früher als Rattengift verwendet wurde. Es verursacht typische Schwermetallvergiftungen, besitzt allerdings eine hohe Latenzzeit, d.h. es treten erst nach Jahren bzw. Jahrzehnten Schäden auf. Es soll außerdem carcero-gen sein.

Beryllium ist hochgradig erbgutschädigend und soll so giftig sein, daß eh niemand mit dem Zeug arbeiten will.

### Selen, Tellur

Die meisten Verbindungen dieser Metalle sind giftig. Besondere Beachtung verdienen wiederum die Wasserstoffverbindungen, die in der gleichen wie beim Arsen beschriebenen Weise freigesetzt werden können.

**Diese Gase sind definitiv das giftigste des ganzen Praktikums!!**

Gegen diese Stoffe wirken Schwefelwasserstoff und einige chemische Kampfstoffe harmlos. Die Gase sollen retichartigen Geruch haben, aber wenn dieser wahrgenommen wird, bleibt wahrscheinlich eh nicht mehr viel Zeit.

(Der Autor dieses Textes ist für seinen bedenkenlosen Umgang mit giftigen Substanzen bekannt, hat aber von diesen Gasen tunlichst die Finger gelassen!!)