

Salzsäuregruppe

HCl - Gruppe



Substanz lösen
(erst in dest.H₂O, verd. HCl, konz. HCl, verd. HNO₃ oder konz. HNO₃)



+ konz. HCl



<p><u>Niederschlag enthält</u> PbCl₂, AgCl, HgCl₂ Pb²⁺ + 2 Cl⁻ → PbCl₂ ↓ weiß Ag⁺ + Cl⁻ → AgCl ↓ weiß Hg₂²⁺ + 2Cl⁻ → Hg₂Cl₂ ↓ weiß</p>	<p>Filtrat enthält die Kationen der nächsten Gruppen</p>
--	--



+ H₂O
erhitzen



<p><u>Niederschlag enthält:</u> AgCl weiß Hg₂Cl₂ weiß</p>	<p>Filtrat enthält Pb²⁺-Ionen. <u>Einzelnachweise auf Pb.</u> Nachweis als PbCrO₄: Filtrat essigsauer stellen Pb²⁺ + CrO₄²⁻ → PbCrO₄ ↓ gelb Nachweis als PbSO₄: Filtrat schwefelsauer stellen Pb²⁺ + SO₄²⁻ → PbSO₄</p>
---	---



Bemerkung:

PbCl₂ ist in der Siedehitze teilweise löslich.

Beim langsamen Abkühlen

kristallisiert es in Form von

charakteristischen Nadeln wieder aus.

+ verd. NH₃



Niederschlag enthält: Hg + Hg(NH ₂)Cl ↓ schwarz	Filtrat enthält [Ag(NH ₃) ₂] ⁺ +Cl ⁻
---	--



+verd. HNO₃



Niederschlag AgCl ↓ weiß
[Ag(NH₃)₂]⁺ +Cl⁻ +
HNO₃ → [Ag(NH₃)₂]⁺ H⁺ + Cl⁻ →
AgCl ↓ + NH₄⁺

Schwefelwasserstoffgruppe H₂S-Gruppe



Filtrat der HCl-Gruppe mit HCl das NO₂ verkochen, sonst kann Schwefel ausfallen. (salzsauer ca. 6 molar)



erhitzen auf ca. 60 °C + H ₂ S einleiten (Thioacetamid) und jeweils im Becherglas auf das doppelte Volumen verdünnen.	Hg: 4 M HgS ↓ schwarz Cu: 2-3 M CuS ↓ schwarz Bi: 2-3 M Bi ₂ S ₃ ↓ braun Sb: 2-3 M Sb ₂ S ₃ ↓ orange Pb: 1-3 M PbS ↓ schwarz Sn: 1-2 M SnS ₂ ↓ gelb Cd: 0,5 M CdS ↓ gelb
--	---



abfiltrieren und den Niederschlag auf einem Uhrglas "abklatschen" und trocken tupfen.



<u>Niederschlag enthält:</u> HgS, CuS, Bi ₂ S ₃ , Sb ₂ S ₃ , PbS, SnS ₂ , CdS $2 \text{Hg}^+ + \text{S}^{2-} \rightarrow \text{HgS}$ $\text{Cu}^{2+} + \text{S}^{2-} \rightarrow \text{CuS}$ $2 \text{Bi}^{3+} + 3 \text{S}^{2-} \rightarrow \text{Bi}_2\text{S}_3$ $2 \text{Sb}^{3+} + 3 \text{S}^{2-} \rightarrow \text{Sb}_2\text{S}_3$ $\text{Pb}^{2+} + \text{S}^{2-} \rightarrow \text{PbS}$ $\text{Sn}^{4+} + 2 \text{S}^{2-} \rightarrow \text{SnS}$ $\text{Cd}^{2+} + \text{S}^{2-} \rightarrow \text{CdS}$	Filtrat enthält die Kationen der nächsten Gruppen. (H ₂ S-frei und einengen !!!)
---	---



Niederschlag mit LiOH/KNO₃-Lösung versetzen und zentrifugieren



Niederschlag enthält: HgS, CuS, Bi ₂ S ₃ , PbS, CdS	Filtrat enthält die Arsen-Gruppe: Sb-Komplex, Sn-Komplex Einzelnachweise aus der Ursubstanz s.S.5
--	--



+ konz. HNO₃ und erhitzen
(dabei werden die Sulfide
zum Sulfat oxidiert und in
Lösung gebracht.
Ausnahme Hg²⁺



Rückstand HgS schwarz	Filtrat enthält die Kationen: Pb ²⁺ , Bi ³⁺ , Cd ²⁺ , Cu ²⁺
--------------------------	--



+konz. H₂SO₄,
Eindampfen bis weiße Nebel
entstehen um NO₂-Gase zu
vertreiben



+ H₂O



Niederschlag PbSO ₄ ↓ weiß <u>Einzelnachweis</u> Niederschlag mit heißer essigsaurer Na-tatrat-Lösung versetzten + Kaliumdichromat → PbCrO ₄ ↓ gelb	Filtrat enthält die Kationen: Bi ³⁺ , Cu ²⁺ , Cd ²⁺
---	---



+ konz.NH₃
zentrifugieren

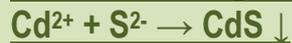


Niederschlag Bi(OH) ₃ ↓ weiß Bi ³⁺ + 3 OH ⁻ → Bi(OH) ₃ <u>Einzelnachweis</u> Niederschlag mit Na-stannatlösung versetzten → Bi fällt elementar aus. 2 Bi(OH) ₃ + 2 Na[Sn(OH) ₃] + 3 NaOH → 2 Bi + 3 Na ₂ [Sn(OH) ₆]	Filtrat enthält die Kationen Cu ²⁺ , Cd ²⁺ Blaufärbung des Filtrates zeigt Cu ²⁺ an. Cu ²⁺ + 2 OH ⁻ → Cu(OH) ₂ (blassblau) Cu(OH) ₂ + 4 NH ₃ [Cu(NH ₃) ₄] ²⁺ + 4 OH ⁻ (blau) Falls Cu ²⁺ vorhanden ist, muss dieses mit Natriumdithionit (erhitzen) als elementares Cu ausgefällt und abgetrennt werden. Anschließend kann man mit dieser Lösung Cd ²⁺ nachweisen.
--	--



Einzelnachweise Cd^{2+}

1. Einleiten von H_2S → Cadmiumsulfid ↓ gelb



2. Aus der Ursubstanz mit dem Glühröhrchen:

etwas Ursubstanz mit der 5-fachen Menge Natriumoxalat in einem Glühröhrchen glühen. Dabei reduziert Oxalat die Cadmiumverbindung und es scheidet sich ein Metallspiegel ab.

Gibt man anschließend etwas Schwefel hinzu und erhitzt erneut, so reagiert das metallische Cadmium zu CdS , das in der Hitze rot und bei Zimmertemperatur gelb ist und das beim weiteren Glühen nicht flüchtig ist.



Einzelnachweise Arsengruppe

$\text{As}^{3+}/\text{Sb}^{3+}$

Mahrsche Probe: im Reagenzglas werden Ursubstanz + Zinkgranalie + CuSO_4 + ca. 6 M HCl .

Knallgasprobe durchführen und anzünden des Wasserstoffs. Die Flamme an eine Porzellanschale halten. Der Arsenspiegel löst sich im Gegensatz zum Antimonspiegel mit 2 M NH_3 und 3%igem H_2O_2 wieder auf.



Gutzeit'sche Probe: Im Zentrifugenglas etwas Ursubstanz + Zinkgranalie + verd. H_2SO_4 + 3 Tropfen konz. H_2SO_4 . Ein mit AgNO_3 -Lösung befeuchtetes Filterpapier über die Zentrifugenglasöffnung legen.

Bei Anwesenheit von Antimon → Schwarzfärben des Filters durch elementares Silber.



Sn^{2+} mittels Leuchtprobe: Ursubstanz + Zinkgranalie + verd. HCl im Tiegel.

Mit Eis- H_2O gefülltes Reagenzglas eintauchen und in die Flamme halten.

Blaue Fluoreszenz zeigt Zinn an.



Ammoniakgruppe /
Urotropingruppe

Filtrat der Schwefelwasserstoffgruppe
(H₂S-frei und eingengt)



konz.HNO₃
HNO₃ verkochen
+NH₄Cl
+konz.NH₃/oder
Urotropinlösung
erhitzen ,zentrifugieren



Niederschlag enthält die Kationen:
Al(OH)₃, Cr(OH)₃, Fe(OH)₃
AlCl₃ + 3 NH₃ → Al(OH)₃ + 3 NH₄Cl
CrCl₃ + 3 NH₃ → Cr(OH)₃ + 3 NH₄Cl
FeCl₃ + 3 NH₃ → Fe(OH)₃ + 3 NH₄Cl

Zentrifugat enthält die Kationen der
nächsten Gruppen.



Niederschlag in ver. HCl lösen

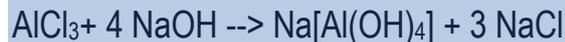


Alkalischer Sturz

+30%ige NaOH

+ 3%iges H₂O₂

erhitzen, zentrifugieren



*Bemerkung: je nach pH-Wert kann an dieser Stelle auch
dunkelbraunes Mangan(IV)-Oxidhydrat ausfallen*



Bemerkung:

*Das NH₄Cl verhindert
die vorzeitige
Ausfällung von Mg²⁺
und der
Ammoniumsulfidgruppe*

Niederschlag enthält:
 $\text{Fe}(\text{OH})_3$, evtl. $\text{MnO}(\text{OH})_2$

Niederschlag in verd. HCl lösen (evtl. erhitzen)

Einzelnachweis auf Fe^{3+}

1. Nachweis als "Berliner Blau":

$\text{FeCl}_3 + \text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6] \rightarrow \text{K}[\text{FeFe}(\text{CN})_6] + 3 \text{KCl}$
→ tiefblaue Färbung (eine hellblaue Färbung wäre negativ)



2. Nachweis als Eisen(III)-thiocyanat:

$\text{FeCl}_3 + 3 \text{NH}_4\text{SCN} \rightarrow \text{Fe}(\text{SCN})_3 + 3 \text{NH}_4\text{Cl}$
→ blutrote Färbung (eine hellrote Färbung wäre negativ)



Zentrifugat enthält.

$\text{Na}[\text{Al}(\text{OH})_4]$, Na_2CrO_4 (Bei Anwesenheit von Cr^{2+} ist das Zentrifugat aufgrund des Chromates bereits gelb gefärbt)

Einzelnachweis auf Cr^{3+} :

1. Chromat als Bariumchromat (essigsauer)

$\text{Ba}(\text{CH}_3\text{COO})_2 + \text{K}_2\text{CrO}_4 \rightarrow \text{BaCrO}_4 + 2 \text{CH}_3\text{COOK}$
→ gelber Niederschlag



2. Nachweis durch die Oxidationsschmelze



Einzelnachweis auf Al^{3+}

1. Nachweis durch Thenards-Blau (alkalisch)

durch starkes Glühen auf einer Magnesiumrinne

$\text{Al}(\text{OH})_3 + \text{Co}(\text{NO}_3)_2 \rightarrow$

$\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{CoO} \rightarrow \text{CoAl}_2\text{O}_4$ (blau)



2. Nachweis als fluoreszierender Morin-Farblack

$\text{Al}^{3+} + 2 \text{C}_{14}\text{H}_9\text{SO}_7\text{Na} + 3 \text{OH}^-$
→ $\text{Na}_2[\text{AlOH}(\text{C}_{14}\text{H}_6\text{O}_4)_2] \downarrow + 2 \text{SO}_2 + 4 \text{H}_2\text{O}$



Ammoniumsulfidgruppe

Zentrifugat der Urotropingruppe



ammoniakalisch (pH 8-9)
+NH₄Cl, erwärmen
H₂S einleiten, zentrifugieren



Der Niederschlag enthält die Kationen: Co ₂ S ₃ , Ni ₂ S ₃ , ZnS, MnS	Zentrifugat enthält die Kationen der nächsten Gruppen
--	--



+ verd. CH₃COOH
erhitzen, zentrifugieren



Der Niederschlag enthält: Co ₂ S ₃ , Ni ₂ S ₃ , ZnS	Zentrifugat enthält: Mn ²⁺ Einzelnachweis auf Mn ²⁺ US + konz. HNO ₃ + AgNO ₃ + PbO ₂ kochen → violette Färbung (Bildung von Permanganat) $2 \text{Mn}^{2+} + 5 \text{PbO}_2 + 4 \text{H}^+ \rightarrow 2 \text{MnO}_4^- + 5 \text{Pb}^{2+} + 2 \text{H}_2\text{O}$ 
--	---



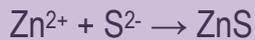
+ verd. HCl
zentrifugieren



Der Niederschlag enthält Co ₂ S ₃ , Ni ₂ S ₃	Zentrifugat enthält: Zn ²⁺
---	--

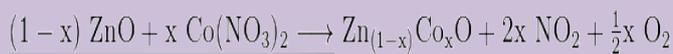
Eizelnachweis auf Zn²⁺

1. schwach sauer + H₂S einleiten → weißer Niederschlag



2. Oxidationsschmelze

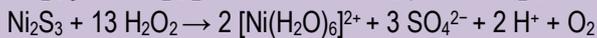
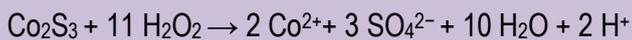
Rinmans-Grün ist ein beliebter Nachweis für Zink. Zinkoxid oder [Zinkhydroxid](#) wird auf einer [Magnesiarinne](#) mit einer geringen Menge einer stark verdünnten [Cobaltnitratlösung](#) versetzt. Beim schwachen Glühen in der oxidierenden Flamme entsteht Rinmans Grün



+ verd. CH₃COOH

+ 3%iges H₂O₂

erhitzen



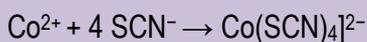
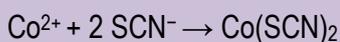
Einzelnachweise Co²⁺:

1. Boraxperle



2. Nachweis von Cobalt als blaues Co(SCN)₂ bzw. [Co(SCN)₄]²⁻ Lösung **stark essigsauer** stellen + NH₄SCN + Diethylether, schütteln → Blaufärbung der Etherphase

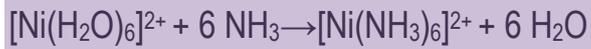
In Abhängigkeit vom pH-Wert und der Thiocyanat-Konzentration bilden sich Thiocyanatocobalt-Verbindungen unterschiedlicher Zusammensetzung:



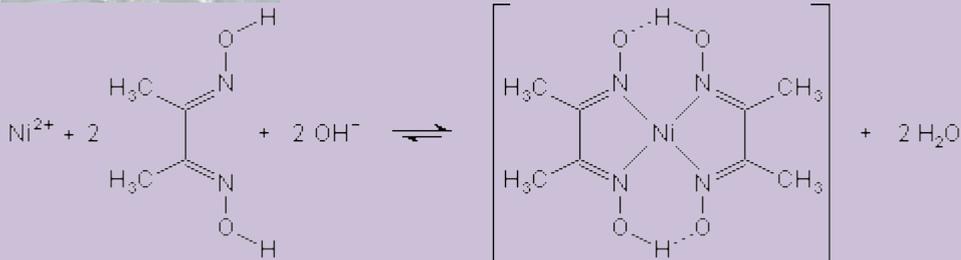
Einzelnachweis Ni²⁺:

Nachweis von Ni²⁺ als Bis(dimethylglyoximato)nickel(II)

1. Bildung des Nickelhexamminkomplexes durch Zugabe von Ammoniak bis zur alkalischen Reaktion.



2. Bildung von Bis(dimethylglyoximato)nickel(II) nach Zugabe von Dimethylglyoxim.



Ammoniumcarbonatgruppe

Zentrifugat der Ammoniumsulfidgruppe



+ verd. HCl, stark einengen
+ konz. HNO₃, stark einengen
+ NH₃ (pH-Wert 8-9 !!!)
+ (NH₄)₂CO₃-Lösung
erhitzen



Niederschlag enthält
BaCO₃, SrCO₃, CaCO₃
zentrifugieren

Zentrifugat enthält die Kationen der
löslichen Gruppe



+ verd. CH₃COOH → lösen
+ Na-acetat + K₂Cr₂O₇-Lösung
zentrifugieren



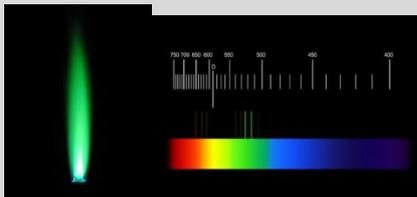
Niederschlag enthält:



Niederschlag abfiltrieren, mit H₂O waschen und in 2-3 Tropfen verdünnter HCl lösen. Mit etwas verdünnter oder 1 Tropfen konzentrierter Schwefelsäure das Bariumsulfat fällen und im Filter waschen (zur Prüfung der Flammenfärbung):



Barium zeigt eine fahlgrüne Flammenfärbung (mehrere grüne Linien, von denen die bei 524,2 und 513,9 nm besonders charakteristisch sind).



Zentrifugat enthält SrCO₃ und CaCO₃

Hinweis:

Es ist sinnvoll, vor der Fällung mit Chromat die Lösung in 2 Teile zu teilen. Falls kein Ba²⁺-Ionen vorhanden sind, kann man den Niederschlag direkt mit HCl lösen und Einzelnachweise auf Sr und Ca durchführen.



+ verd. NH₃
+(NH₄)₂CO₃-Lösung, erhitzen
zentrifugieren (Chromatfrei)



Niederschlag enthält Sr und Ca



in verd. HCl lösen.
+(NH₄)₂SO₄-Lösung



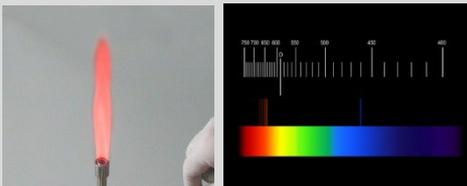
Niederschlag enthält SrSO₄

Zentrifugat enthält CaSO₄



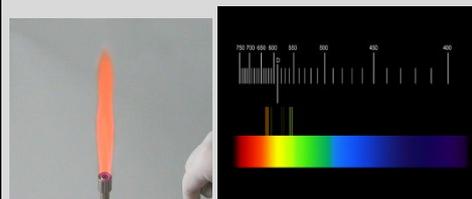
Einzelnachweise auf Sr
 $\text{Sr}^{2+} + \text{SO}_4^{2-} \rightarrow \text{SrSO}_4 \downarrow$ weiß

Die intensive karminrote **Flammenfärbung** durch Strontium-Salze ist sehr charakteristisch. Im Spektroskop sind mehrere rote Linien im Bereich 600-650 nm zu erkennen, während die typische blaue Linie (460,7 nm) nicht immer sichtbar ist.



Einzelnachweise auf Ca
+ NH₃, erwärmen
+ (NH₄)₂C₂O₄ ↓ weiß

Calciumverbindungen zeigen eine ziegelrote Flammenfärbung. Im Spektroskop sind die charakteristischen roten (622,0 nm) und grünen (553,3 nm) Linien des Calciums zu erkennen.



Lösliche Gruppe

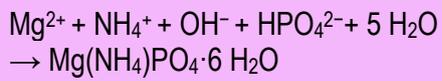
Zentrifugat der Ammoniumcarbonatgruppe



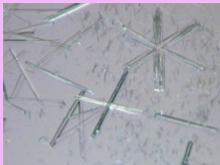
Lösung in 4 Teile teilen



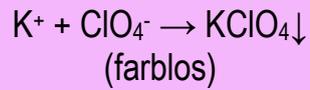
Nachweis von Mg^{2+}
+ $(NH_4)_2HPO_4$ -Lösung
erwärmen
+ NH_3



Die Kristalle haben bei langsamer Kristallisation aus verdünnten Lösungen eine charakteristische, sargdeckelförmige Gestalt und sind häufig X-förmig verwachsen



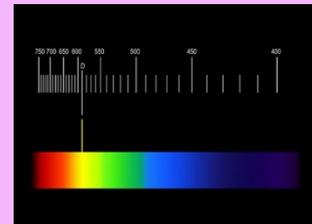
Nachweis von K^+
+ $HClO_4$ verd.



Im Spektroskop sieht man für Kalium eine rote Linie bei 768,2 nm und eine violette Linie bei 404,4 nm.

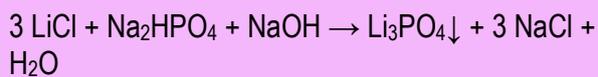


Nachweis von Na^+
Flammenfärbung



Nachweis von Li⁺

Kocht man eine lithiumhaltige Lösung mit Dinatriumhydrogenphosphat so fällt ein weißer, schwerlöslicher und flockiger Niederschlag aus, welcher in Säuren löslich ist eine quantitative Ausfällung ist somit nur in Anwesenheit von Natronlauge möglich.



Im Spektroskop zeigen sich eine rote Linie bei 670,8nm und rechts davon eine gelborange Linie bei 610,3nm.



Nachweis von NH₄⁺

Blaukreuzverfahren

Auf ein Uhrglas gibt man eine Spatelspitze der Analysesubstanz, zwei Natriumhydroxidplättchen und 2-3 Tropfen destilliertes Wasser. Das Glas wird mit einem zweiten Uhrglas abgedeckt, in dessen Wölbung ein Streifen feuchtes Universalindikatorpapier geklebt ist. Bei Anwesenheit von Ammonium färbt sich das Universalindikatorpapier blau.

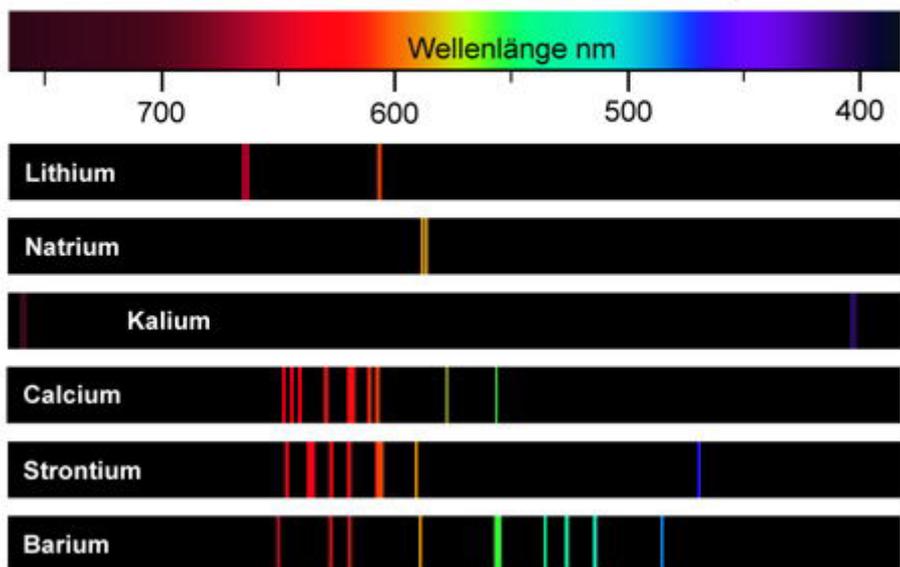


Vorproben



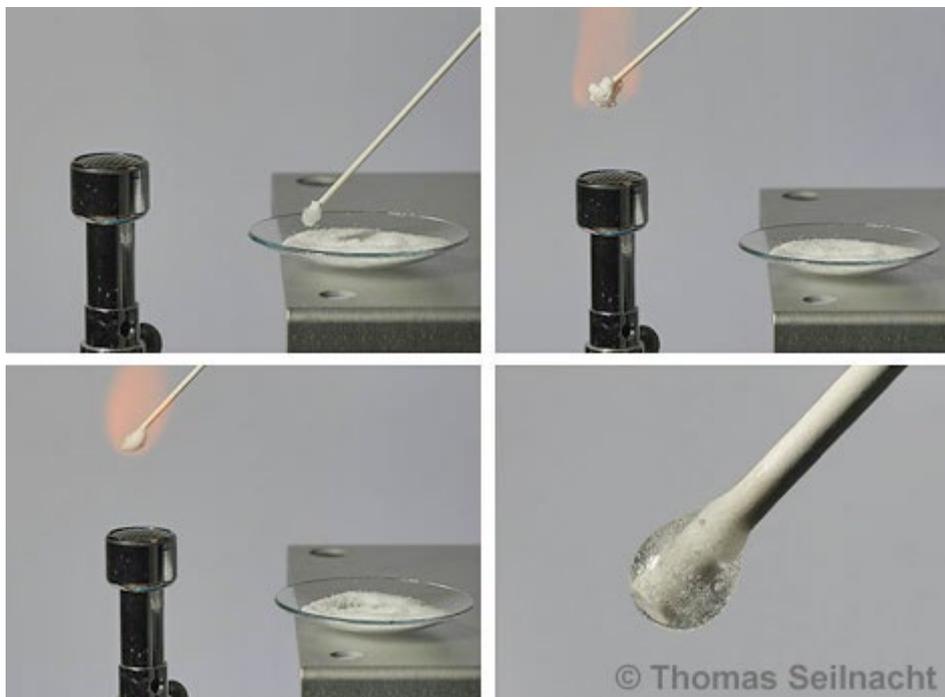
Linienpektren der Alkali- und Erdalkalimetalle

Auswahl beobachtbarer Linien der Emissionsspektren



Boraxperle

Erhitzt man Borax in der oxidierenden Zone einer Brennerflamme an einem Magnesiumstäbchen, gibt es sein Kristallwasser ab und geht in eine glasartige Schmelze über. Zur Vorbereitung eines Stäbchens taucht man dieses in Borax und dann in die rauschende Brennerflamme:



Dann taucht man die Perle in ein Salz und erhitzt erneut über dem Brenner. In dieser Schmelze lösen sich viele Metallsalze und bilden Metaborate. Je nach Metallsalz weisen diese Metaborate unterschiedliche Farben auf. Mit [Cobalt\(II\)-chlorid](#) erhält man eine blaue, mit [Mangan\(IV\)-oxid](#) eine rotviolette und mit [Kupfer\(II\)-oxid](#) eine türkisblaue Farbe:

