

# VORPROTOKOLL - 1. ANALYSE

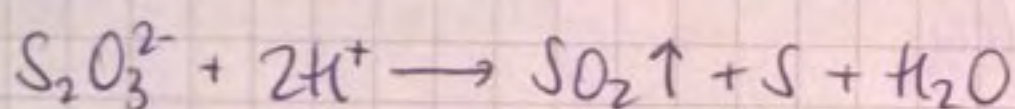
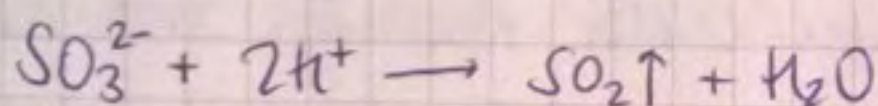
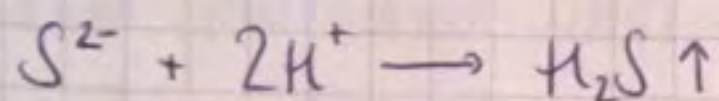
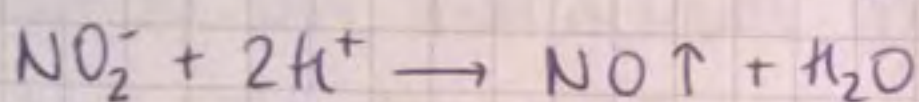
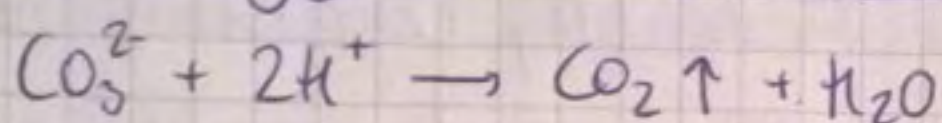
Anionen, Lösliche Gruppe  
Ammoniumcarbonat-Gruppe

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

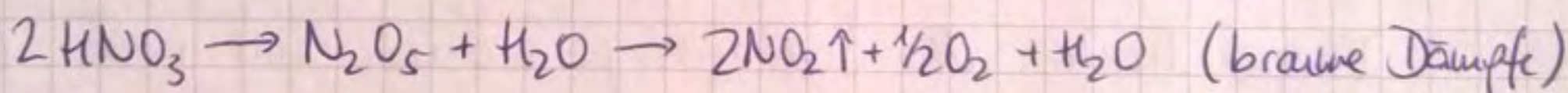
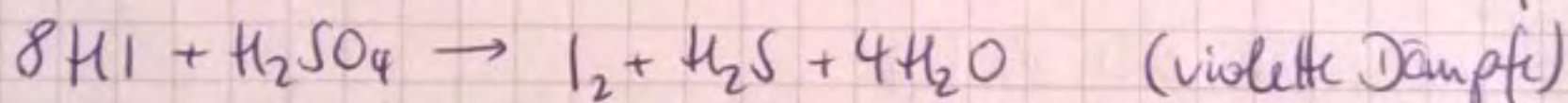
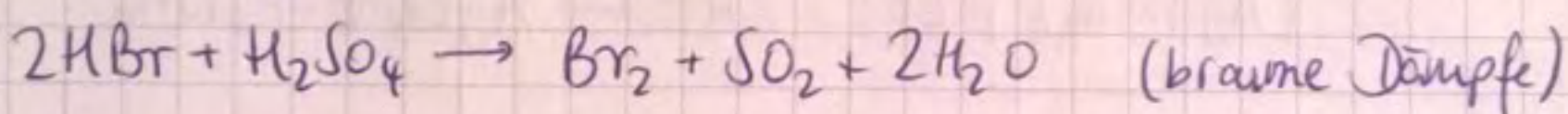
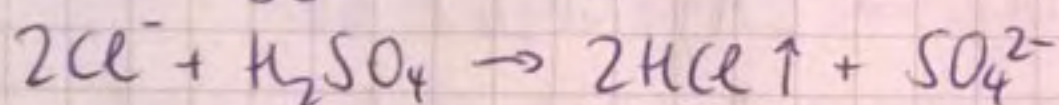
Zu analysierende Kationen:  $\text{Na}^+$ ,  $\text{K}^+$ ,  $\text{NH}_4^+$ ,  $\text{Mg}^{2+}$ ,  $\text{Ca}^{2+}$ ,  $\text{Sr}^{2+}$ ,  $\text{Ba}^{2+}$

## Anionenanalyse - Vorproben

### Verhalten gegenüber verd. $\text{H}_2\text{SO}_4$



### Verhalten gegenüber konz. $\text{H}_2\text{SO}_4$



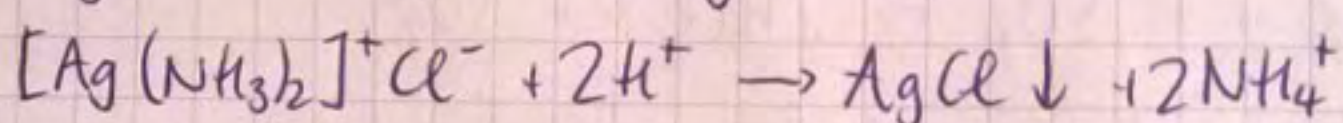
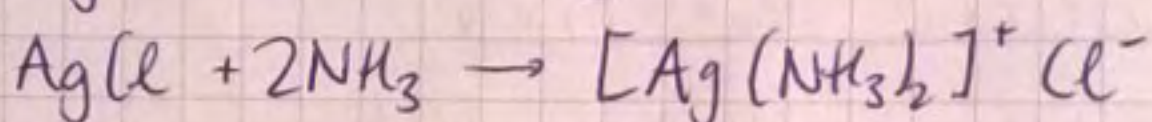
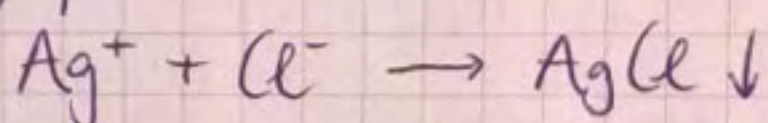
## Anionen:

### Sodaauszug

1 Spatelspitze (ca. 0,1g) Analysesubstanz werden mit der dreifachen Menge an wasserfreiem  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  in 10-20 ml Wasser aufgeschlämmt und ca. 15 Minuten zum Sieden erhitzt. Nach dem Erkalten der Lösung trennt man schwerlösliche Bestandteile ab. Das Filtrat bzw. Zentrifugat wird mit der für den folgenden Nachweis entsprechenden Säure angesäuert (Kontrolle mit pH-Papier). Auch schwerlösliche Verbindungen können durch großen  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ -Überschuss gelöst werden.

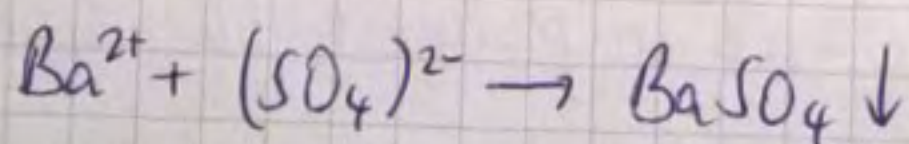
### Chlorid-Nachweis als AgCl

20 Tropfen des Sodaauszugs werden zunächst mit einigen Tropfen verd.  $\text{HNO}_3$ , dann mit einigen Tropfen konz.  $\text{HNO}_3$  angesäuert. Nach Zugabe von einigen Tropfen  $\text{AgNO}_3$ -Lösung deutet ein weißer, käsiger Niederschlag (bei wenig  $\text{Cl}^-$  oft nur eine Trübung) auf die Anwesenheit von  $\text{Cl}^-$ . Der Niederschlag kann durch Behandeln mit  $\text{NH}_3$  in Lösung gebracht und durch anschließendes Ansäuern mit  $\text{HNO}_3$  wieder ausgefällt werden.



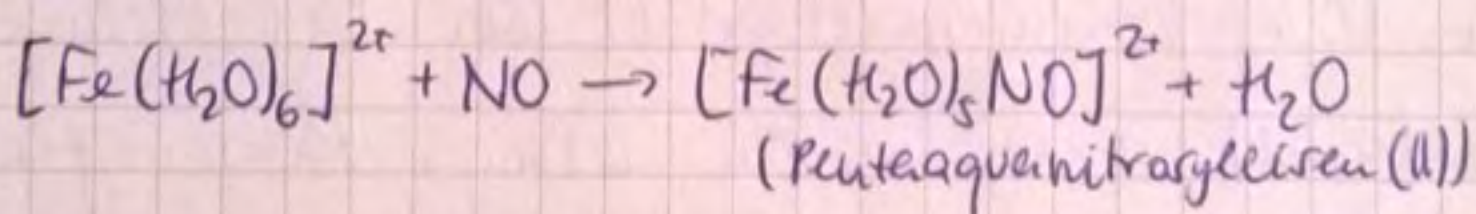
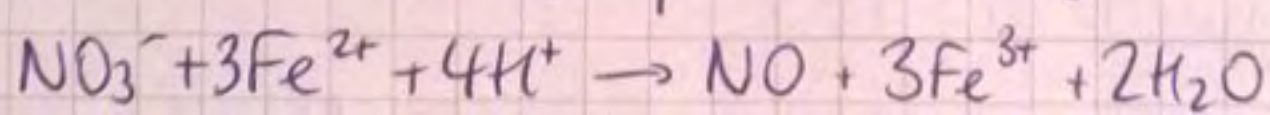
### Sulfat-Nachweis als $\text{BaSO}_4$

Einige Tropfen des Sodaauszugs werden mit verd.  $\text{HCl}$  neutralisiert (nicht mit konz.  $\text{HCl}$  ansäuern um Konzentrationsniederschläge zu vermeiden). Dann gibt man solange  $\text{HCl}$  hinzu, bis der pH-Wert der Lösung ca. 1-2 beträgt. Nach Zugabe von einigen Tropfen frisch bereiteter 0,5 mol/l  $\text{BaCl}_2$ -Lösung bildet sich ein weißer, feinkristalliner Niederschlag von  $\text{BaSO}_4$  ( $\text{BaCl}_2$ -Lösung tropfenweise hinzugeben um Konzentrationsniederschläge zu vermeiden). Der Niederschlag löst sich nicht bei Zusatz von Säuren.



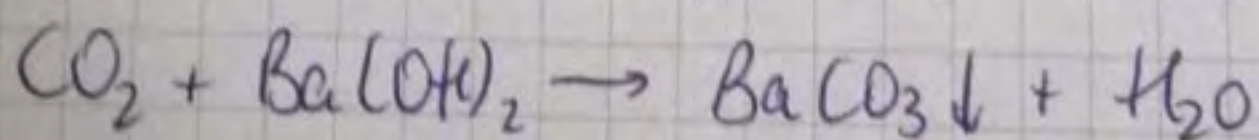
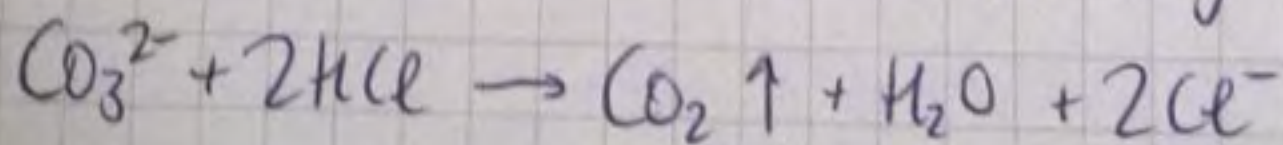
### Nitrat-Nachweis mit $\text{FeSO}_4$ (Ringprobe)

Einige Tropfen des Sodaauszugs werden im Reagenzglas mit verd.  $\text{H}_2\text{SO}_4$  angesäuert. Dazu gibt man ca. 2 ml einer kalt gesättigten, mit 1 Tropfen verdünnter  $\text{H}_2\text{SO}_4$  angesäuerten  $\text{FeSO}_4$ -Lösung. Dann unterschichtet man vorsichtig mit konz.  $\text{H}_2\text{SO}_4$ , indem man die konzentrierte Säure an der inneren Wandung des schräg gehaltenen Reagenzglases herunter fließen lässt. An der Phasengrenze der beiden Flüssigkeitsschichten bildet sich je nach  $\text{NO}_3^-$ -Konzentration ein brauner bis amethystfarbener Ring.



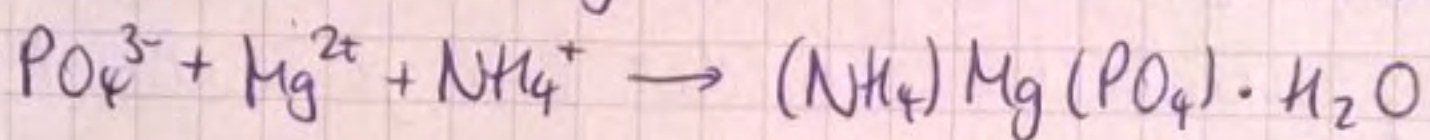
### Carbonat-Nachweis als $\text{BaCO}_3$

Etwa 10 mg (Mikrospatelspitze) der Ursubstanz werden in ein kleines Reagenzglas gegeben und mit ca. 10 Tropfen verd.  $\text{HCl}$  versetzt. Gleich nach dem Zutropfen der Salzsäure wird ein mit frisch bereiteter, klarer  $\text{Ba}(\text{OH})_2$ -Lösung (Berytwasser) gefülltes Gäröhrchen aufgesetzt. Das Reagenzglas wird dann im Wasserbad erwärmt. Das gebildete  $\text{CO}_2$  wird in das Gäröhrchen übergeleitet. Beim Erwärmen darf keine Säure übergeleitet werden. Die Bildung einer weißen Trübung innerhalb von 3-5 Minuten zeigt  $\text{CO}_2$  an. Natürliche Carbonate reagieren mitunter langsam.



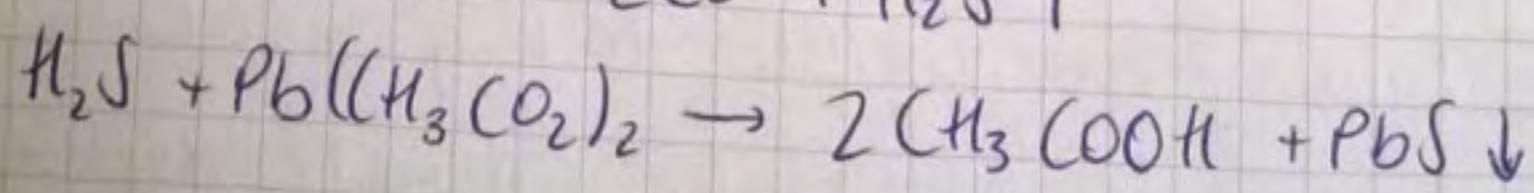
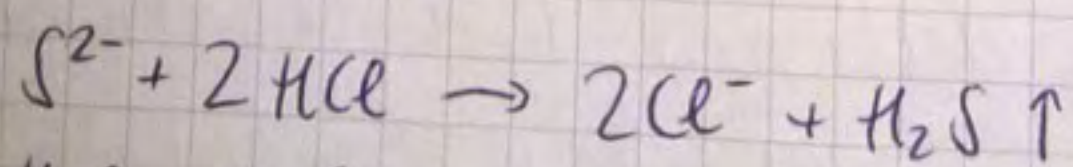
### Phosphat-Nachweis als $(\text{NH}_4)_2\text{MgPO}_4$

1 Tropfen <sup>des</sup> neutralisierten Sodaauszugs wird auf einem Objektträger mit 1-2 Tropfen einer wässrigen Lösung von  $\text{NH}_4\text{Cl}$  und  $\text{MgCl}_2$  versetzt. Nach Zusatz von 1 Tropfen verd.  $\text{NH}_3$  bilden sich langsam bei Anwesenheit von  $\text{PO}_4^{3-}$  stern- oder scherenförmige verwachsene Kristalle, die in verdünnten Säuren leicht löslich sind. Aus verdünnten Lösungen erhält man sorgdeckelähnliche Einzelkristalle.



### Sulfid-Nachweis als $\text{PbS}$

Etwa 10 mg (Mikrospatelspitze) der Ursubstanz (bzw. Sodaauszugs-Rückstand) werden in ein kleines Reagenzglas gegeben und mit ca. 1 ml verd.  $\text{HCl}$  versetzt. Gleich nach dem Zutropfen der Salzsäure wird ein mit frisch bereiteter, klarer  $\text{Pb}(\text{CH}_3\text{CO}_2)_2$ -Lösung (Bleiacetat) gefülltes Gärröhrchen aufgesetzt. Das Reagenzglas wird dann im Wasserbad erwärmt. Das gebildete  $\text{H}_2\text{S}$  wird in das Gärröhrchen übergeleitet ( $\text{H}_2\text{S}$  ist giftig  $\rightarrow$  Abzug!). Die Bildung von schwarzem  $\text{PbS}$  zeigt  $\text{H}_2\text{S}$  an. Das  $\text{H}_2\text{S}$  kann auch mit einem in Bleiacetatlösung getränktem Filterpapier nachgewiesen werden.



## Kationenanalyse - Vorproben

$\text{Ca}^{2+}$ ,  $\text{Sr}^{2+}$  und  $\text{Ba}^{2+}$  bilden schwerlösliche Carbonate,  $\text{MCO}_3$ ;  $\text{Na}^+$ ,  $\text{K}^+$  und  $\text{Mg}^{2+}$  jedoch nicht.

$\text{Ba}^{2+}$  bildet schwerlösliches, gelbes Chromat,  $\text{BaCrO}_4$ ;  $\text{Sr}^{2+}$  und  $\text{Ca}^{2+}$  jedoch nicht (in neutraler oder leicht saurer Umgebung).

## Lösliche Gruppe: Ammonium $\text{NH}_4^+$

Reaktion mit Wasser:  $\text{NH}_4^+ + \text{OH}^- \rightleftharpoons \text{NH}_4\text{OH} \rightleftharpoons \text{NH}_3 + \text{H}_2\text{O}$

Reaktion mit Säuren:  $\text{NH}_3(\text{g}) + \text{HCl}(\text{g}) \rightarrow \text{NH}_4\text{Cl}(\text{s})$ ; "Nebelbildung"

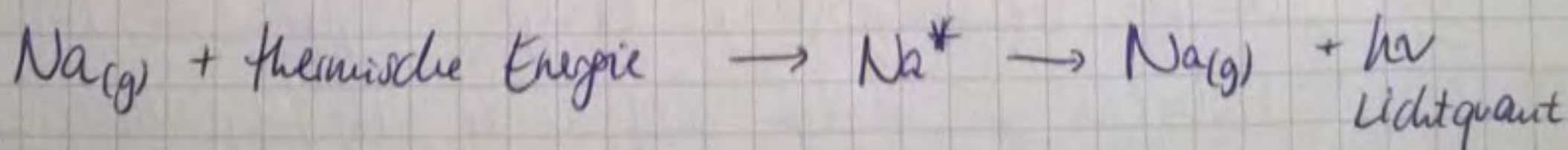
5-10 mg der Probe werden mit 5 Tropfen  $\text{NaOH}$ -Lösung in einem Mörser mit einem Pistill fein verrieben oder gemöörerte Probe mit  $\text{NaOH}$ -Lösung in einem Reagenzglas mischen.  $\text{NH}_3$  (Geruch!) weist auf Anwesenheit von

$\text{NH}_4$ -Salzen hin. Angefeuchtetes Indikatorpapier wird durch  $\text{NH}_3$  blau gefärbt (Vorsicht vor  $\text{NaOH}$ -Spritzern).

Ammoniak im Gasraum kann dadurch nachgewiesen werden, dass ein Tropfen konz.  $\text{HCl}$ , an einem Glasstab hängend, Nebelbildung hervorruft ( $\text{NH}_4\text{Cl}$ -Nebel).

## Lösliche Gruppe: $\text{Li}^+$ , $\text{Na}^+$ , $\text{K}^+$ , $\text{Rb}^+$ , $\text{Cs}^+$

$\text{Na}^+$  und  $\text{K}^+$  (aber auch  $\text{Li}^+$ ,  $\text{Rb}^+$ ,  $\text{Cs}^+$ ,  $\text{Ca}^{2+}$ ,  $\text{Sr}^{2+}$ ,  $\text{Ba}^{2+}$ ) werden spektroanalytisch nachgewiesen:



$$\Delta E = (E^{\uparrow} - E^{\circ}) = h\nu; \quad \lambda = \frac{c}{\nu} = 589,0 \text{ sowie } 589,6 \text{ für Na}$$

$\uparrow$  angeregter Zustand     $\uparrow$  Grundzustand

## Spektralanalyse

- a) 3 Tropfen einer Probe-Lösung werden mit 2 Tropfen HCl angesäuert oder  
b) 2-3 mg einer schwerlöslichen Probe werden mit 2 Tropfen HCl getrocknet

Ein sauberes, ausgeglühtes Magnesiastäbchen oder Pt-Draht wird in die Probe getaucht und in die heiße (obere) Zone der Bunsen-Flamme gebracht. Der Spalt des Spektroskops soll nah an dieser Zone der Flamme (aber nicht zu nah!) sein. Im Spektroskop erscheint das Linienspektrum des Ions (der Ionen). Den Brenner nicht mit Proberubstanz verunreinigen.

## Lösliche Gruppe: $Mg^{2+}$

Zur Fällung von  $CaCO_3$ ,  $SrCO_3$  und  $BaCO_3$  wird  $(NH_4)_2CO_3$  benutzt.  $CO_3^{2-}$  ( $pK_B = 3,68$ ) ist eine stärkere Base als  $NH_3$  ( $pK_B = 4,74$ ), damit liegt das Gleichgewicht weitgehend rechts:  $NH_4^+ + CO_3^{2-} \rightleftharpoons HCO_3^- + NH_3$

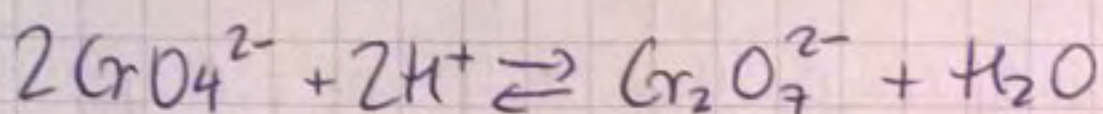
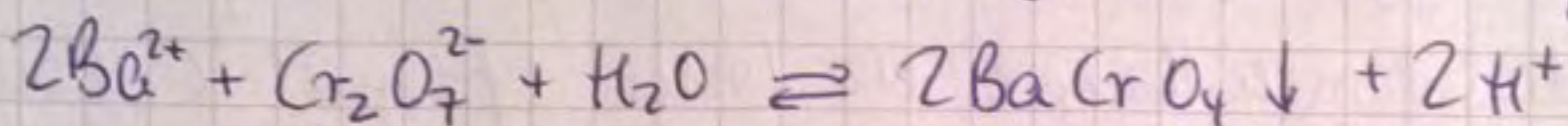
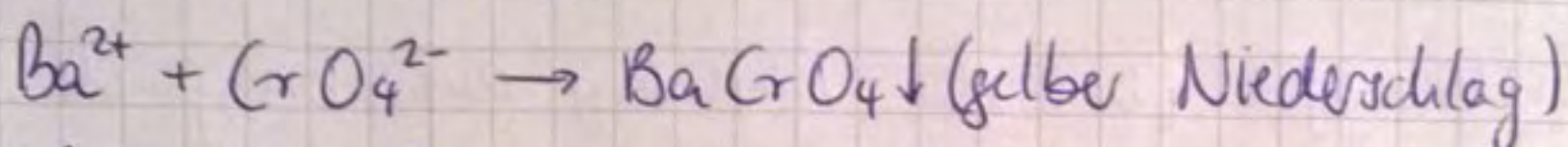
Die Konzentration von  $CO_3^{2-}$  ist zu gering, um  $MgCO_3$  auszufällen. Das Erdalkali-Ion  $Mg^{2+}$  gehört daher zur „löslichen Gruppe“.

## Nachweis mit p-Nitrobenzolato- $\alpha$ -naphthol („Magneson“)

Entfernung von Schwermetall- und Erdalkalikationen durch Trennungsgang. Einige Tropfen der (stark alkalischen) Probelösung werden auf einer Tropfplatte mit 2 Tropfen Magneson-Lösung versetzt. Mit  $Mg^{2+}$  bildet sich eine Blaufärbung oder ein blauer Niederschlag. Vorsicht - Blindprobe!

## Ammoniumcarbonat-Gruppe: $\text{Ca}^{2+}$ , $\text{Sr}^{2+}$ , $\text{Ba}^{2+}$

### Nachweis von Barium



Wegen dieses Chromat-Dichromat-Gleichgewichts ist  $\text{BaCrO}_4$  in starken Säuren löslich.

### Spektralanalytische Nachweise:

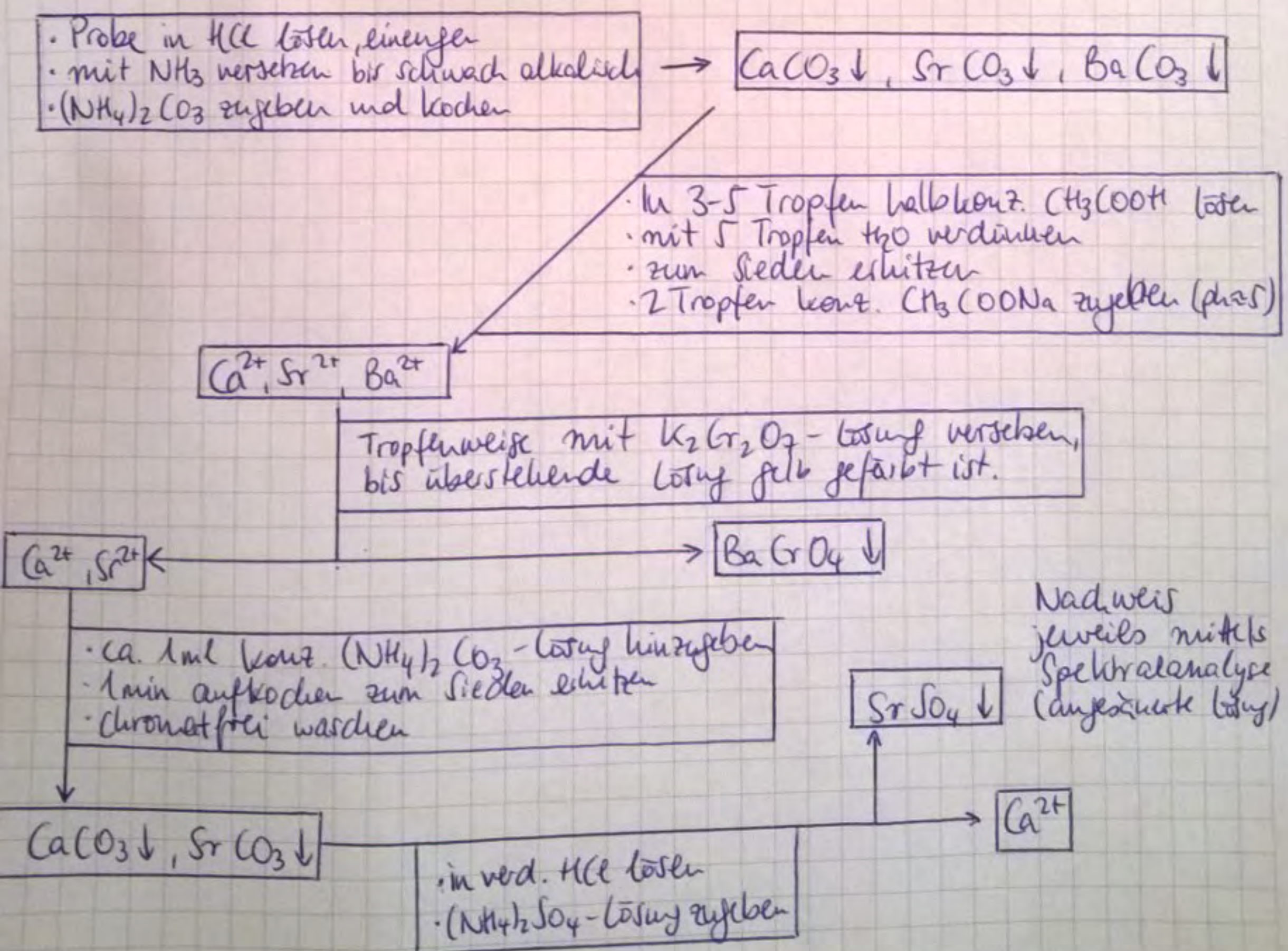
$\text{Ca}^{2+}$ :  $\lambda = 553\text{nm}$  (grün)     $\text{Sr}^{2+}$ :  $\lambda = 600,675\text{nm}$  (rot)     $\text{Ba}^{2+}$ :  $\lambda = 524\text{nm}$  (grün)

$\lambda = 622\text{nm}$  (rot)

$\lambda = 461\text{nm}$  (blau)

$\lambda = 514\text{nm}$  (grün)  
(Vorsicht  $\text{Cu}^{2+}$ !)

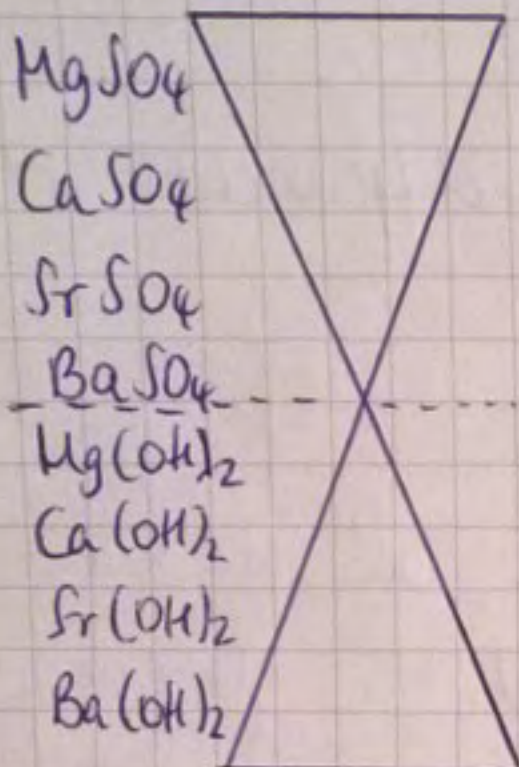
## Trennungsgang der Ammoniumcarbonatgruppe



## Löslichkeit der Erdalkalimetall-Salze

Bilanz zwischen:

- Gitterenergie (bei der „Auflösung“ aufzubringende Energie)
- Hydratationsenthalpie der Ionen (freigesetzte Energie)



Gitterenergien ändern sich nur wenig, da das Sulfation viel größer als die Kationen ist  
→ Löslichkeit  $\sim$  Hydratationsenthalpie der Kationen

- MgSO<sub>4</sub> ist löslich
- BaSO<sub>4</sub> ist sehr schwerlöslich

Gilt auch für MCO<sub>3</sub>

Gitterenergien hängen von der Kationengröße ab  
→ Löslichkeit  $\sim$  Radius der Kationen:

- Ba(OH)<sub>2</sub> ist relativ gut löslich
- Mg(OH)<sub>2</sub> ist nur schwerlöslich.

# CHEMIKALIEN

$\text{Na}_2\text{CO}_3$  : H319  
P305+P351+P338  
GHS 07 - Signalwort: Achtung  
Entsorgung: saure Schwermetallabfälle

$\text{HNO}_3$  (konz. <sup>70%</sup>) : H272, H314  
P220, P280, P305+P351+P338, P310  
GHS 05, GHS 02 → Signalwort: Gefahr  
Entsorgung: neutralisieren, anschließend in saure Schwermetallabfälle

$\text{HNO}_3$  (verd. <sup>12%</sup>) : H314  
P280, P305+P351+P338, P310  
GHS 05 → Signalwort: Gefahr  
Entsorgung: saure Abfälle

$\text{AgNO}_3$ -Lsg. : H272, H314, H410  
P220, P273, P280, P305+P351+P338, P310, P501  
GHS 02, GHS 05, GHS 09 → Signalwort: Gefahr  
Entsorgung: saure Schwermetallabfälle

$\text{AgCl}$  : H400  
P273  
GHS 09 → Signalwort: Achtung  
Entsorgung:

$\text{NH}_3$  (konz.) : H221, H280, H314, H331, H410  
P210, P261, P273, P280, P305+P351+P338, P310  
GHS 05, GHS 06, GHS 09 → Signalwort: Gefahr  
Entsorgung: mit  $\text{HCl}$  neutralisieren, anschließend in saure Schwermetallabfälle

$\text{NH}_3$  (verd.) → siehe  $\text{NH}_3$  (konz.)

$\text{HCl}$  (konz.) : H280, H314, H331  
P261, P280, P305+P351+P338, P310, P410+P403  
GHS 05, GHS 06 → Signalwort: Gefahr  
Entsorgung: neutralisieren, anschließend in saure Schwermetallabfälle

$\text{HCl}$  (verd.) → siehe  $\text{HCl}$  (konz.)

$\text{BaCl}_2$  : H301, H319, H332  
P301+P310, P305+P351+P338  
GHS 06 → Signalwort: Gefahr  
Entsorgung: saure Schwermetallabfälle

$\text{BaSO}_4$  : → keine Gefahr nach GHS

$\text{H}_2\text{SO}_4$  (konz.) : H314, H412  
P273, P280, P305+P351+P338, P310  
GHS 05 → Signalwort: Gefahr  
Entsorgung: neutralisieren, anschließend in saure Schwermetallabfälle

$\text{H}_2\text{SO}_4$  (verd.) : H314

P305 + P351 + P338, P280, P310

GHS05 → Signalwort: Gefahr

Entsorgung: neutralisieren, anschließend in saure Schwermetallabfälle

$\text{FeSO}_4$  - Lsg. : H302, H315, H319

P305 + P351 + P338

GHS07 → Signalwort: Achtung

Entsorgung:

$\text{Ba}(\text{OH})_2$  - Lsg. : H314, H332

P280, P305 + P351 + P338, P310

GHS05, GHS07 → Signalwort: Gefahr

Entsorgung: mit HCl neutralisieren, anschließend in saure Schwermetallabfälle

$(\text{NH}_4)\text{MgPO}_4$  : H315, H319, H335

P261, P302 + P352, P305 + P351 + P338, P321, P405, P501

GHS07 → Signalwort: Achtung

Entsorgung: saure Metalllösungen

$\text{CO}_2$  : H280

P410 + P403

GHS04 → Signalwort: Achtung

$\text{NH}_4\text{Cl}$  : H315, H318, H400

P273, P280, P305 + P351 + P338

GHS05, GHS09 → Signalwort: Gefahr

Entsorgung: saure Metalle

$\text{MgCl}_2$  → keine Gefahr nach GHS. Entsorgung: Abguss / nach Phosphatnachweis in saure Schwermetalllösungen

$\text{Pb}(\text{H}_3\text{COO})_2$  - Lsg. : H360Df, H373, H410

P201, P273, P308 + P313, P501

GHS08, GHS09 → Signalwort: Gefahr

Entsorgung: saure Metalllösungen

$\text{PbS}$  : H302, H332, H360Df, H373, H410

P201, P273, P308 + P313, P501

GHS07, GHS08, GHS09 → Signalwort: Gefahr

Entsorgung: Unter rühren in Natriumhypodinitritlösung eintragen (st. mehrere Tage einwirken lassen. Achtung: manche Stoffe reagieren heftig. Evtl. freigesetzte oder brennbare Gase ableiten. Übersdum an Oxidationsmittel mit Natriumthiosulfat zerstören. Entsorgen in saure Schwermetallabfälle.

$\text{H}_2\text{S}$  : H314, H412

P273, P280, P305 + P351 + P338, P301

GHS05 → Signalwort: Gefahr

Entsorgung: neutralisieren mit HCl, anschließend in saure Schwermetallabfälle

## CHEMIKALIEN (weiter)

$\text{NaOH}$ : H290, H314

P280, P305+P351+P338, P310

GHS05  $\rightarrow$  Signalwort: Gefahr

Entsorgung: mit  $\text{HCl}$  neutralisieren, anschließend in saure Schwermetallabfälle

Magneson: H315, H319, H335

P302+352, P304+P340, P305+P351+P338

GHS07  $\rightarrow$  Signalwort: Achtung

Entsorgung: ansäuern, saure Metalllösungen

$\text{CaCO}_3 \rightarrow$  keine Gefahr nach GHS. Entsorgung: Ausguss; im Trennungsgang ansäuern und in saure Metalllösungen entsorgen

$\text{SrCO}_3 \rightarrow$  keine Gefahr nach GHS. Entsorgung: Ausguss; im Trennungsgang ansäuern und in saure Metalllösungen entsorgen

$\text{BaCO}_3$ : H302

GHS07  $\rightarrow$  Signalwort: Achtung

Entsorgung: saure Schwermetallabfälle

$(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$ : H302

GHS07  $\rightarrow$  Signalwort: Achtung

Entsorgung: saure Metalle

$\text{CH}_3\text{COOH}$ : H226, H314

P280, P301+P330+P331, P307+P310, P305+P351+P338

GHS02, GHS05  $\rightarrow$  Signalwort: Gefahr

Entsorgung: mit  $\text{NaOH}$  neutralisieren, anschließend in saure Schwermetallabfälle

$\text{CH}_3\text{COONa} \rightarrow$  keine Gefahr nach GHS

$\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ -Lösung: H315, H317, H318, H334, H340, H350, H360FD, H411

P201, P261, P273, P280, P305+P351+P338, P308+P313

GHS08, GHS09  $\rightarrow$  Signalwort: Gefahr

Entsorgung: saure Schwermetallabfälle

$\text{BaCrO}_4$ : H272, H302, H332

P220

GHS03, GHS07  $\rightarrow$  Signalwort: Gefahr

Entsorgung: saure Metalle

$(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ -Lsg:  $\rightarrow$  keine Gefahr nach GHS. Entsorgung: saure Metalllösungen

$\text{MgSO}_4 \rightarrow$  keine Gefahr nach GHS

$\text{CaSO}_4 \rightarrow$  keine Gefahr nach GHS

$\text{SrSO}_4 \rightarrow$  keine Gefahr nach GHS. Entsorgung: Ausguss; im Trennungsgang ansäuern und in saure Metalllösungen entsorgen

# ANHANG - H- und P-SÄTZE / GEFAHREN

## H- und P-Sätze

- H221 - Entzündbares Gas
- H226 - Flüssigkeit und Gas entzündbar
- H272 - Kann Brand verstärken, Oxidationsmittel
- H280 - Enthält Gas unter Druck, kann bei Erwärmung explodieren.
- H290 - Kann gegenüber Metallen korrosiv sein
- H301 - Giftig bei Verschlucken
- H302 - Gesundheitsschädlich bei Verschlucken
- H314 - Verursacht schwere Verätzungen der Haut und schwere Augenschäden
- H315 - Verursacht Hautreizungen
- H317 - Kann allergische Hautreaktionen verursachen
- H318 - Verursacht schwere Augenschäden
- H319 - Verursacht schwere Augenreizungen
- H331 - Giftig bei Einatmen
- H332 - Gesundheitsschädlich bei Einatmen
- H334 - Kann bei Einatmen Allergie, asthmaartige Symptome oder Atembeschwerden verursachen
- H335 - Kann die Atmwege reizen
- H340 - Kann genetische Defekte verursachen
- H350 - Kann Krebs erzeugen
- H360Df - Kann das Kind im Mutterleib schädigen. Kann vermutlich die Fruchtbarkeit beeinträchtigen
- H360FD - Kann die Fruchtbarkeit beeinträchtigen. Kann das Kind im Mutterleib schädigen
- H373 - Kann die Organe schädigen bei längerer oder wiederholter Exposition
- H400 - Sehr giftig für Wasserorganismen.
- H410 - Sehr giftig für Wasserorganismen mit langfristiger Wirkung.
- H411 - Giftig für Wasserorganismen mit langfristiger Wirkung.
- H412 - Schädlich für Wasserorganismen mit langfristiger Wirkung.

- P201 - Vor Gebrauch besondere Anweisung einholen.
- P210 - Vor Hitze / Funken / offener Flamme / heißen Oberflächen fernhalten. Nicht rauchen.
- P220 - Vor Kleidung / brennbaren Materialien fernhalten / entfernt lagern.
- P261 - Einatmen von Staub / Rauch / Gas / Nebel / Dampf / Aerosol vermeiden
- P273 - Freisetzung in die Umwelt vermeiden.
- P280 - Schutzhandschuhe / Kleidung / Augenschutz / Gesichtsschutz tragen.
- P321 - Besondere Behandlung laut Kennzeichnungsetikett
- P405 - Unter Verschluss aufbewahren
- P501 - Inhalt / Behälter entsprechend den geltenden Regeln entsorgen
- P301 + P330 + P331 - Bei Verschlucken: Mund ausspülen: Kein Erbrechen herbeiführen
- P301 + P310 - Bei Verschlucken: Sofort Giftinformationszentrum oder Arzt anrufen.
- P304 + P340 - Bei Einatmen: An die frische Luft bringen und in einer Position ruhigstellen, die das Atmen erleichtert
- P302 + P352 - Bei Kontakt mit der Haut: Mit viel Wasser und Seife waschen
- P305 + P351 + P338 - Bei Kontakt mit den Augen: Einige Minuten behutsam mit Wasser spülen. Vorhandene Kontaktlinsen nach Möglichkeit entfernen
- P307 + P310 - Bei Exposition: Sofort Giftinformationszentrum oder Arzt anrufen. Weiteres
- P308 + P313 - Bei Exposition oder falls betroffen: Ärztlichen Rat einholen / ärztliche Hilfe hinzuziehen
- P410 + P403 - Vor Sonneneinstrahlung geschützt an einem gut belüfteten Ort aufbewahren

## Gefahrpiktogramme:

- GHS 01 - "explodierende Bombe" - Unstabil, Explosionsgefahr
- GHS 02 - "Flamme" - Entzündlich
- GHS 03 - "Flamme über einem Kreis" - Brandfördernd
- GHS 04 - "Gasflasche" - Komprimierte Gase
- GHS 05 - "Ätzwirkung" - Ätzend Kat. 1
- GHS 06 - "Totenkopf mit gekreuzten Knochen" - Giftig Kat. 1-3
- GHS 07 - "Ausrufezeichen" - Giftig Kat. 4 - Ätz- oder Reizwirkung Kat. 2.  
- Niedrige systemische Gesundheitsgefährdung
- GHS 08 - "Gesundheitsgefahr" - Systemische Gesundheitsgefährdung
- GHS 09 - "Umwelt" - Umweltgefährlich

## ANHANG - UNTERSCHRIFT

Ich habe die H- und P-Sätze zu den genannten Chemikalien verstanden, und werde diese beachten.

Vorprotokoll 1: \_\_\_\_\_

Vorprotokoll 2: \_\_\_\_\_

Vorprotokoll 3: \_\_\_\_\_

# VORPROTOKOLL - 2. ANALYSE Urotropin- und Ammoniumsulfidgruppen

Zu analysierende Anionen:  $\text{SO}_4^{2-}$ ,  $\text{Cl}^-$ ,  $\text{NO}_3^-$ ,  $\text{CO}_3^{2-}$ ,  $\text{PO}_4^{3-}$ ,  $\text{S}^{2-}$  (1. Analyse)

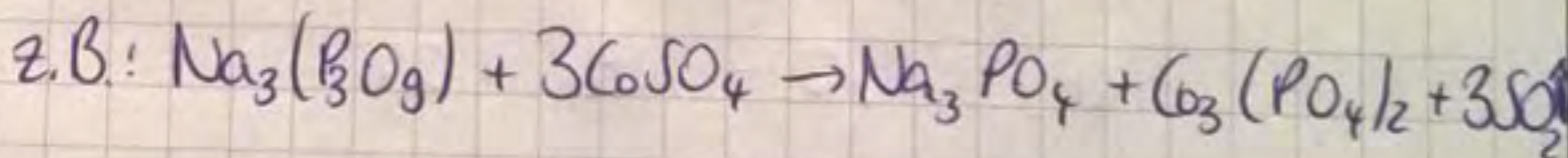
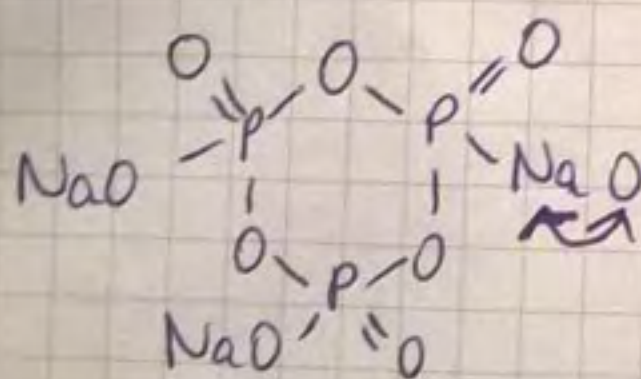
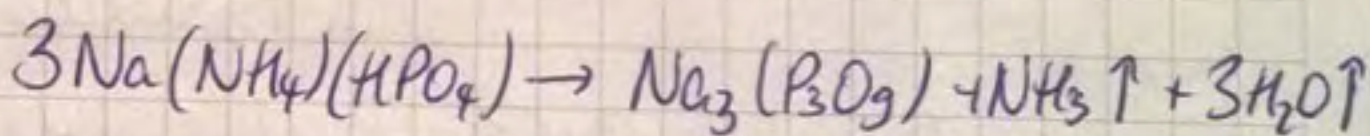
Zu analysierende Kationen:  $\text{Fe}^{3+}$ ,  $\text{Al}^{3+}$ ,  $\text{Cr}^{3+}$  → Urotropingruppe

$\text{Ni}^{2+}$ ,  $\text{Co}^{2+}$ ,  $\text{Mn}^{2+}$ ,  $\text{Zn}^{2+}$  → Ammoniumsulfidgruppe

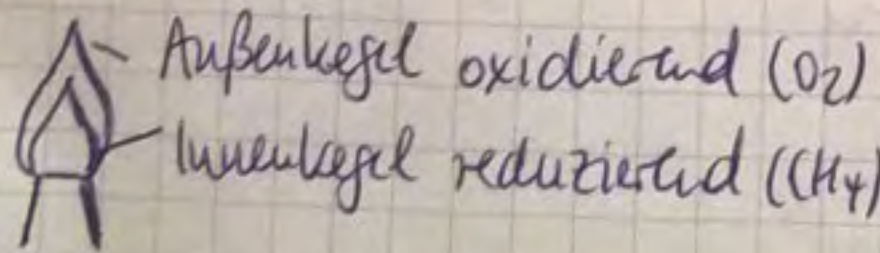
## Kationenanalyse - Vorproben

### Phosphorsalzperle:

Die Spitze eines Magnesiastäbchens (oder Pt-Draht) zum Glühen erhitzen, und heiß in Phosphorsalz  $\text{Na}(\text{NH}_4)(\text{HPO}_4)$  tauchen. Das haften gebliebene Salz wird in der Flamme geschmolzen, bis sich keine Blasen mehr entwickeln. Die erkaltete, mit etwas Wasser befeuchtete Schmelzperle, wird in die Probe getaucht. Perle und Probe (zunächst nur wenig!) in der Oxidations- oder Reduktionsflamme zusammenschmelzen. Abhängig von der jeweiligen Flammenzone variieren die Oxidationsstufen der Metalle, was zu unterschiedlichen Perlenfärbungen führt.



### Farben der Phosphorsalzperlen:



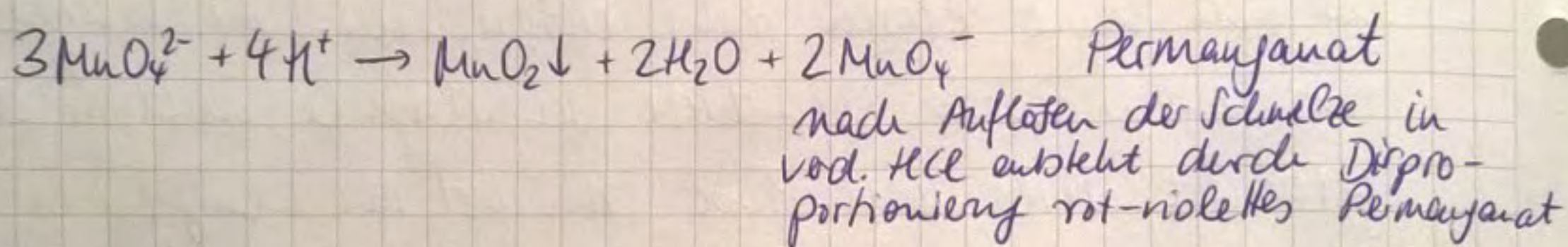
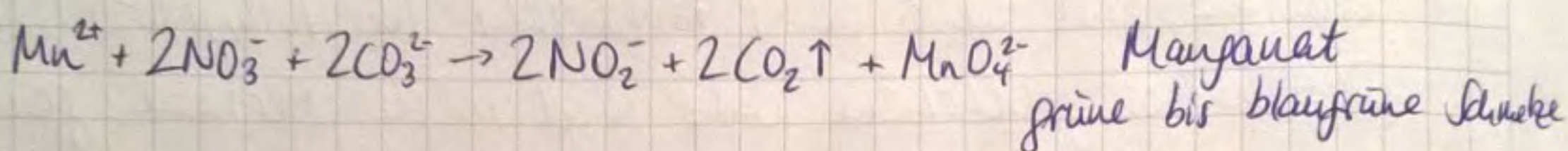
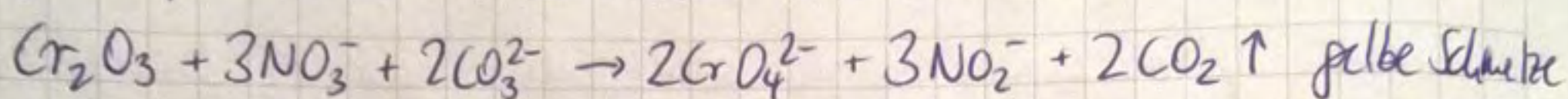
Oxidationsflamme      Reduktionsflamme

Reduktionsperle:  
an der Grenze zwischen  
den Flammenzonen  
arbeiten. Die Perle im  
Innenkegel kühlen lassen,  
und schnell heraus!

|       | Oxidationsflamme                           | Reduktionsflamme                  |
|-------|--------------------------------------------|-----------------------------------|
| Cr    | Grün                                       | Grün                              |
| Mn    | Violett                                    | Farblos                           |
| Fe    | Gelb (heiß)<br>Farblos bis gelbbrot (kalt) | Grün (sehr schwach)               |
| Co    | Blau                                       | Blau                              |
| Ni    | Gelb (heiß)<br>Braun (kalt)                | Grau                              |
| Cu    | Grün-gelb (heiß)<br>Blau (kalt)            | Farblos (heiß)<br>Rotbraun (kalt) |
| Cu+Sn | Rot                                        | Grau                              |
| Zn    | Grau                                       | Grau                              |

## Oxidationsschmelze

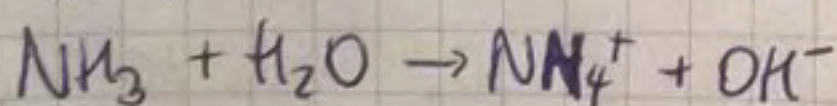
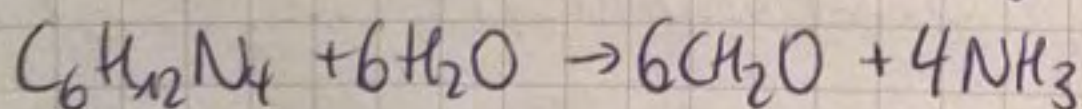
Die geringste Ursubstanz mit der zwei- bis dreifachen Menge einer Mischung aus gleichen Teilen Soda ( $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ) und Natriumnitrat ( $\text{NaNO}_3$ ) auf einer Magnesiarinne vorsichtig aufschmelzen. Danach kühlen lassen.



## Kationen:

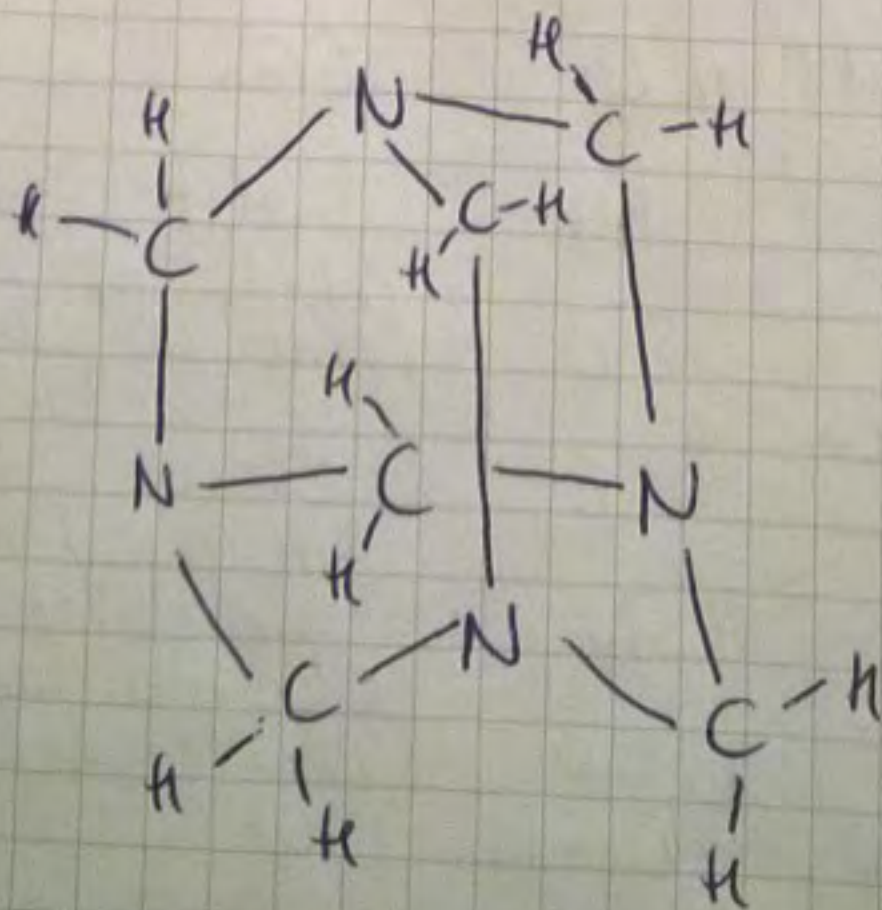
### Urotropin (Hexamethylenetetramin, $\text{C}_6\text{H}_{12}\text{N}_4$ )

Zum Urotropin: Es zerfällt beim Erhitzen in Formaldehyd und Ammoniak



↳  $\text{CH}_2\text{O}$  verhindert im

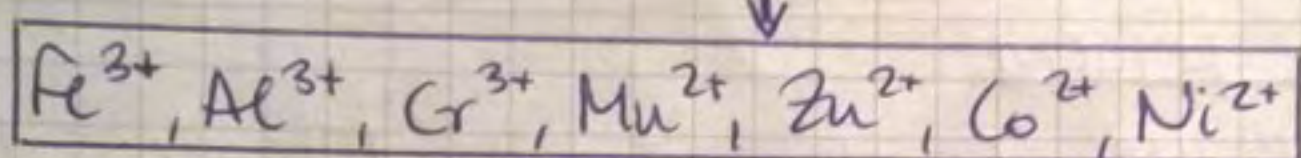
✓ Trennungsgang Oxidation von  $\text{Mn}^{2+}$



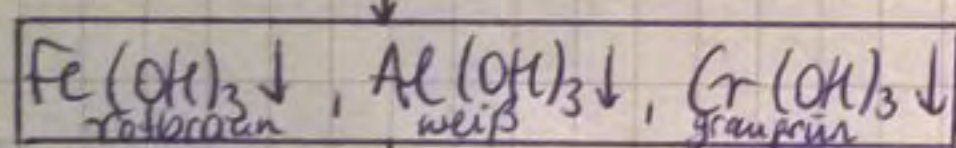
## Trennungsgang der Urotropin-Gruppe

Probe in HCl lösen. Dann einige Tropfen  $\text{H}_2\text{O}_2$  ( $\text{Fe}^{2+} \rightarrow \text{Fe}^{3+}$ ) zugeben, erhitzen und verkochen.

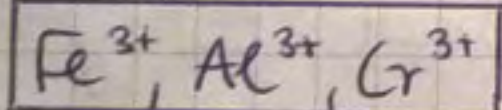
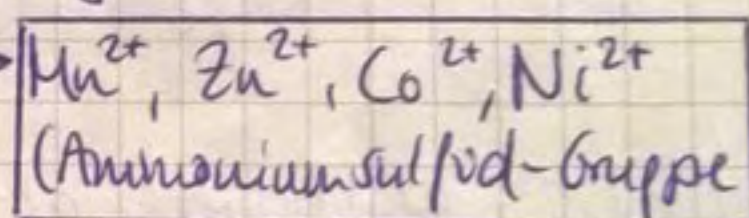
Ethanol zugeben ( $\text{Cr}^{\text{VI}} \rightarrow \text{Cr}^{3+}$ ;  $\text{Mn}^{\text{VII}} \rightarrow \text{Mn}^{2+}$ ), erhitzen und einengen. Ggf. unlöslichen weißen Rückstand abzentrifugieren und auf Al prüfen. Reaktionsgleichung, Gruppenfällung?



Bis zur bleibenden Trübung tropfenweise mit  $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$  versetzen. Verd. HCl zutropfen bis die Trübung verschwindet. Erhitzen und Urotropinlösung tropfenweise zugeben bis die Fällung vollständig ist.



(Farbe als Hinweis)



Alkalischer Sturz!

→ Hydroxid-Niederschläge  $\{\text{Fe}(\text{OH})_3 + \text{Al}(\text{OH})_3 + \text{Cr}(\text{OH})_3\}$  in weißl. verd. HCl lösen. Die saure Lösung mit  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ -Lösung abstumpfen. Dann eine frische Lösung aus KOH-Plättchen (ca. 0,6g) und 5-10 Tropfen 30%-igem  $\text{H}_2\text{O}_2$  in 3ml  $\text{H}_2\text{O}$  herstellen. Die abgestumpfte Lösung unter leichtem Erwärmen und Umrühren in die  $\text{KOH}/\text{H}_2\text{O}_2$ -Lösung gießen („Alkalischer Sturz“). Den Niederschlag  $\{\text{Fe}(\text{OH})_3$  (rotbraun) und evtl.  $\text{MnO}(\text{OH})_2$  (braun) $\}$  abzentrifugieren, mit Wasser waschen und aufbewahren.  $[\text{Al}(\text{OH})_4]^-$  und  $(\text{CrO}_4)^{2-}$  bleiben im Zentrifugat.

Das Zentrifugat wird gekocht, um  $H_2O_2$  zu zerstören.

→  $[Al(OH)_4]^-$ ,  $CrO_4^{2-}$  →  $NH_4Cl$  zugeben und erhitzen

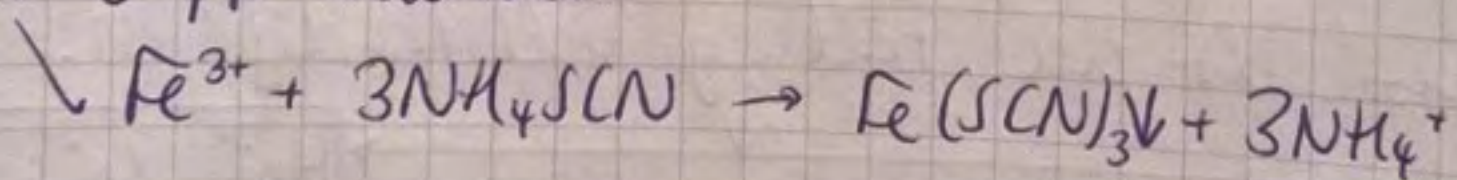
→  $Fe(OH)_3 \downarrow$   
Nachweis:  
 $Fe(SCN)_3$

→  $Al(OH)_3 \downarrow$   
Nachweis:  
Thénards Blau

→  $CrO_4^{2-}$   
Nachweis:  
 $BaCrO_4$

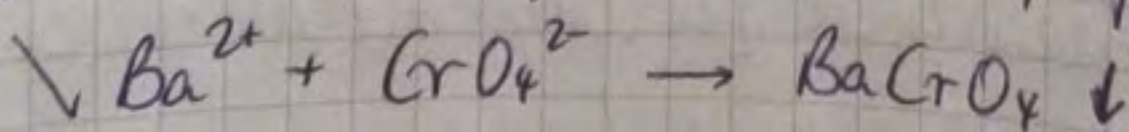
### Fe-Nachweis als $Fe(SCN)_3$

Fe-Probe mit HCl schwach ansäuern. 1 Tropfen dieser Lösung auf einem Tüpfelplatte mit Tropfen einer 1 mol/l  $NH_4SCN$ -Lösung versetzen. Eine blutrote Farbe zeigt  $Fe^{3+}$  an. Bei Extraktion des gebildeten  $Fe(SCN)_3$  in Ether erhöht sich die Empfindlichkeit.



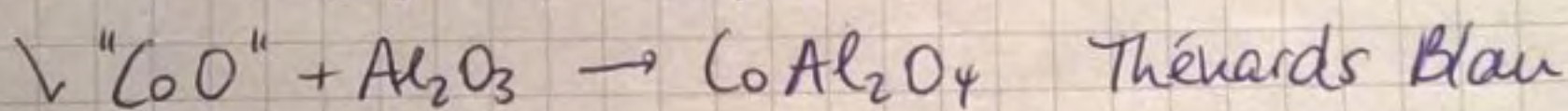
### $CrO_4^{2-}$ -Nachweis als $BaCrO_4$

Die schwach angesäuerte gelbe Chromat-Lösung tropfenweise mit einer  $BaCl_2$ -Lösung versetzen. Ein gelber Niederschlag von  $BaCrO_4$  fällt aus.

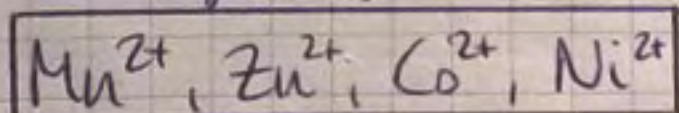


## Al-Nachweis als Thénards Blau

Der gewaschene und getrocknete  $\text{Al}(\text{OH})_3$ -Niederschlag auf einer Magnesiarinne mit 1 Tropfen einer sehr verdünnten  $\text{Co}(\text{NO}_3)_2$ -Lösung (höchstens 0,1%-ig) versetzen (bei konz.  $\text{Co}(\text{NO}_3)_2$ -Lösung entsteht schwarzes  $\text{Co}_3\text{O}_4$ , welches das Thénards Blau überdeckt). In der oxidierenden Zone einer Brennerflamme glühen. Die beiden entstehenden Oxide reagieren unter Bildung des blauen Spinells  $\text{CoAl}_2\text{O}_4$  ( $\text{SiO}_2$ ,  $\text{B}_2\text{O}_3$  und  $\text{P}_2\text{O}_5$  geben ähnliche Reaktionen wie  $\text{Al}_2\text{O}_3 \rightarrow$  Blindprobe!)

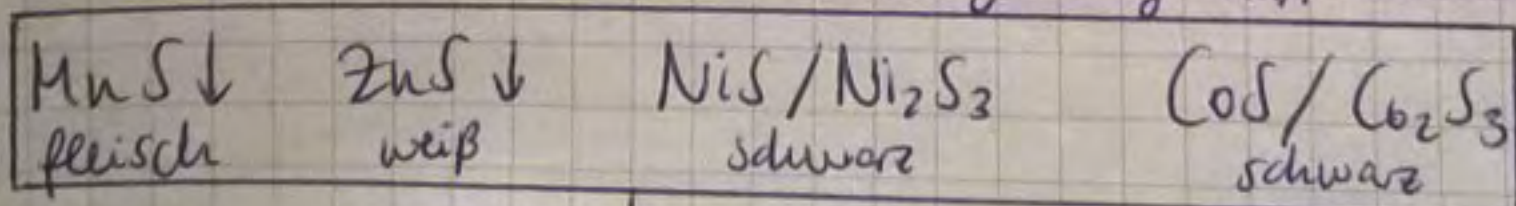


→ weiter: Trennungsgang der Ammoniumsulfid-Gruppe

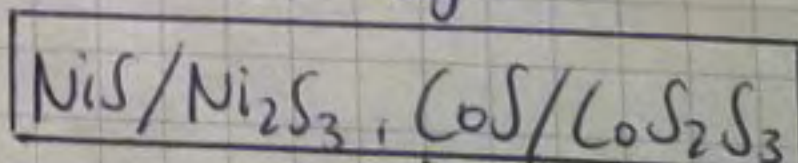
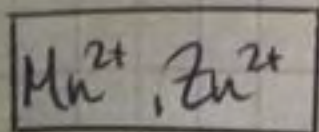


Die Lösung einengen auf ca. 5 ml. Dann halbkonz. Ammoniak zutropfen bis  $\text{pH} = 8$ . Thioacetamid-Lösung (10%-ig) zutropfen und ca. 15 min auf dem Wasserbad erhitzen.

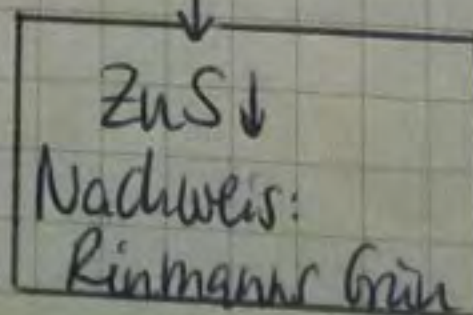
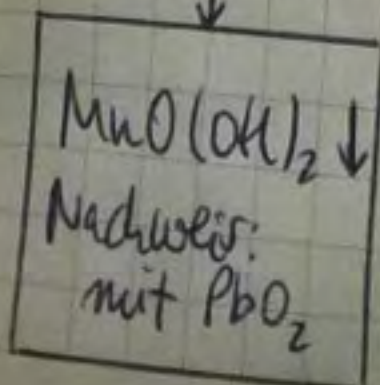
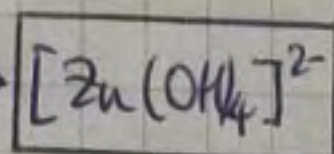
↓ Reaktionsgleichung TAA-Zersetzung + Gruppenfällung?



einige ml halbkonz.  $\text{HCl}$  zugeben



Alkalischer Sturz!



$\text{CH}_3\text{CO}_2\text{H}$  zutropfen bis  $\text{pH} = 8$ , dann Thioacetamid-Lösung zutropfen

→ in  $\text{CH}_3\text{CO}_2\text{H}/\text{H}_2\text{O}_2$  lösen. Dann  $\text{H}_2\text{O}_2$  verkochen und  $\text{S}_8$  abzentrifugieren.

→  $\text{Ni}^{2+}, \text{Co}^{2+}$  Nachweise:  $[\text{Ni}(\text{dado})_2], [\text{Co}(\text{SCN})_4]^{2-}$

### Zn-Nachweis als Rinnmanns Grün

$\text{ZnS}$  oder  $\text{ZnCO}_3$  auf einer Magnesiarinne durch Glühen in  $\text{ZnO}$  überführen. Dann mit 1 Tropfen einer sehr verdünnten  $\text{Co}(\text{NO}_3)_2$ -Lösung versetzen. In der oxidierenden Zone einer Brennerflamme glühen.

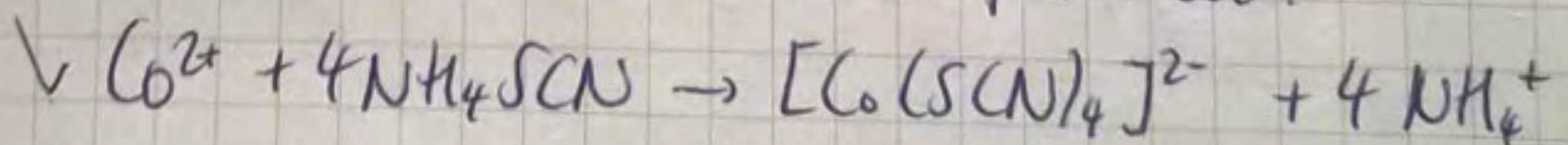
Bildung des grünen Mischoxids  $(\text{ZnO})_{1-x}(\text{CoO})_x$

„Rinnmanns Grün“  
( $x \approx 0.5$ )

### $\text{Co}^{2+}$ -Nachweis als $[\text{Co}(\text{SCN})_4]^{2-}$

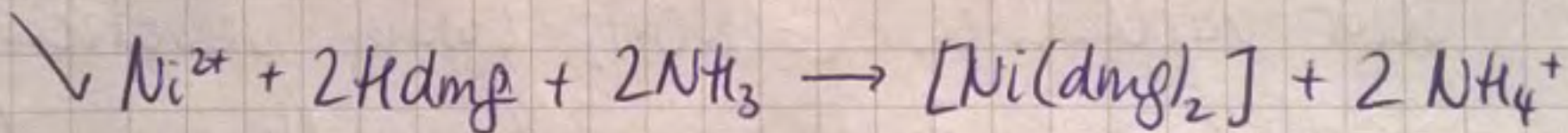
1 Tropfen der essigsauren Lösung auf einer Tüpfelplatte mit 5 Tropfen einer gesättigten Lösung von  $\text{NH}_4\text{SCN}$  in Aceton versetzen. Je nach Menge der  $\text{Co}^{2+}$ -Ionen entsteht eine grün bis blau gefärbte Lösung. In neutralem Medium bildet sich  $\text{Co}(\text{SCN})_2$  (auch blau).

$\text{Fe}^{3+}$  stört ( $\rightarrow \text{Fe}(\text{SCN})_3$ ).  $\text{Ni}^{2+}$  stört (fast) nichts.



### Ni<sup>2+</sup>-Nachweis als [Ni(dmg)<sub>2</sub>] (= „[Ni(dadg)<sub>2</sub>]“)

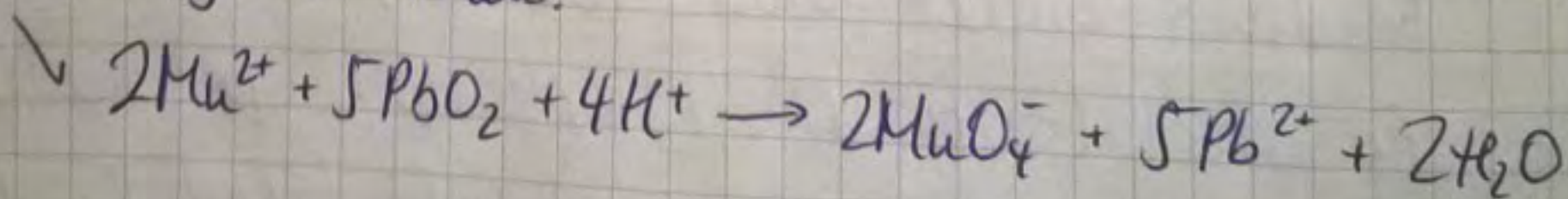
Die essigsäure Lösung wird mit NH<sub>3</sub> leicht alkalisch gemacht. 1 Tropfen dieser Lösung auf einer Tropfplatte mit 1 Tropfen einer gesättigten Lösung von Dimethylglyoxim in Ethanol versetzen. Die Bildung eines roten Niederschlags des Chelatkomplexes [Ni(dmg)<sub>2</sub>] zeigt Ni<sup>2+</sup> an. Fe<sup>3+</sup> stört (→ Fe(SCN)<sub>3</sub>). Sehr selektiv gegen Co<sup>2+</sup>.



### Mn-Nachweis als (MnO<sub>4</sub><sup>-</sup>)

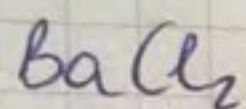
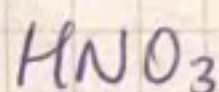
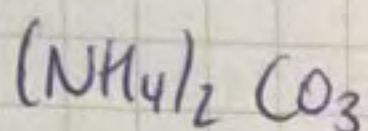
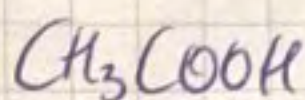
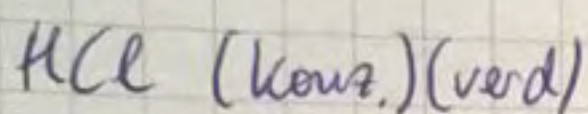
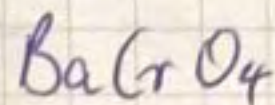
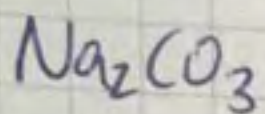
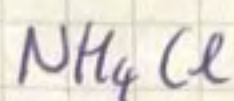
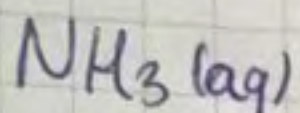
Mangan in niedriger Oxidationsstufen (Mn<sup>2+</sup>, Mn<sup>3+</sup>, MnO<sub>2</sub>, MnO(OH)<sub>2</sub>) wird zu Permanganat MnO<sub>4</sub><sup>-</sup> oxidiert.

1 Tropfen Probelösung bzw. MnO(OH)<sub>2</sub>-Suspension mit 1-2 ml konz. HNO<sub>3</sub> und einer Spatelspitze Mn-freien PbO<sub>2</sub> (Blindprobe!). Einige Minuten kochen und verdünnen. Nach der Zentrifugierung erfolgt eine violette Färbung durch Permanganat-Ionen.

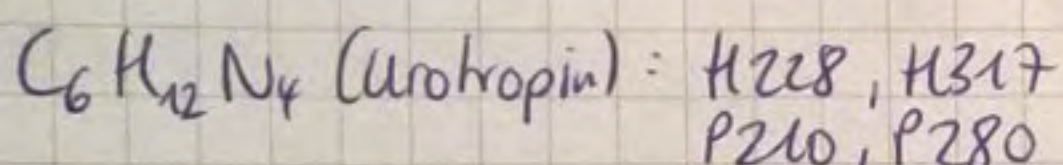


## CHEMIKALIEN

zu übernehmen aus Analyse 1:

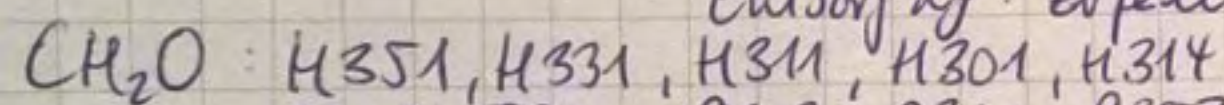


neue Chemikalien:



GHS02, GHS07 → Signalwort: Achtung

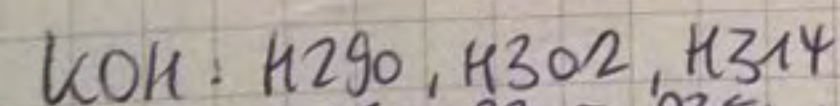
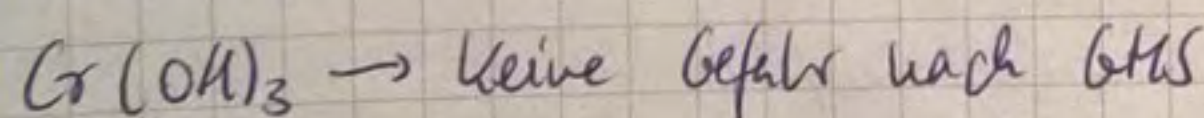
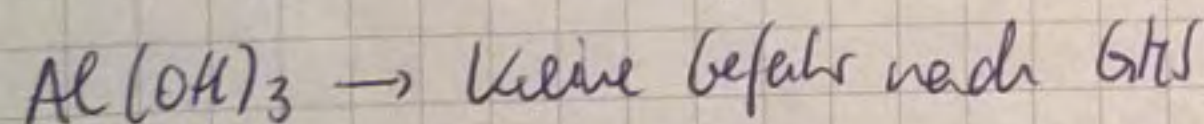
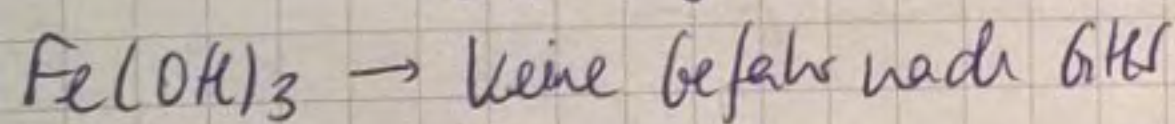
Entsorgung: erfüllt beim Erhitzen; Abkochen; saure Metalle



P301+P310, P303+P361+P353, P305+P351+P338, P320, P361, P405, P501

GHS05, GHS06, GHS08 → Signalwort: Gefahr

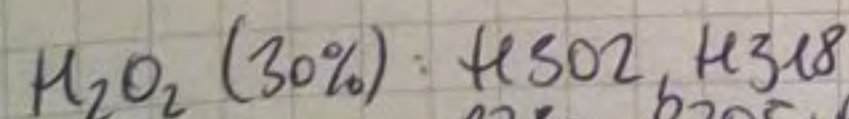
Entsorgung: organische Lösemittel



P280, P305+P351+P338, P310

GHS05, GHS07 → Signalwort: Gefahr

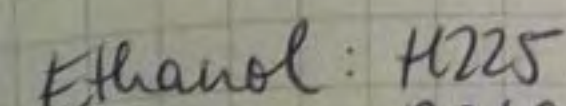
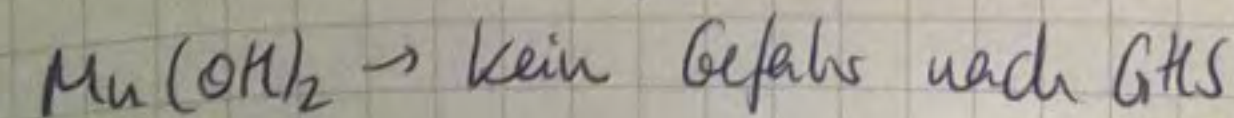
Entsorgung: Neutralisieren mit HCl; ansäuern → saure Metallsalze



P280, P305+P351+P338

GHS05, GHS07 → Signalwort: Gefahr

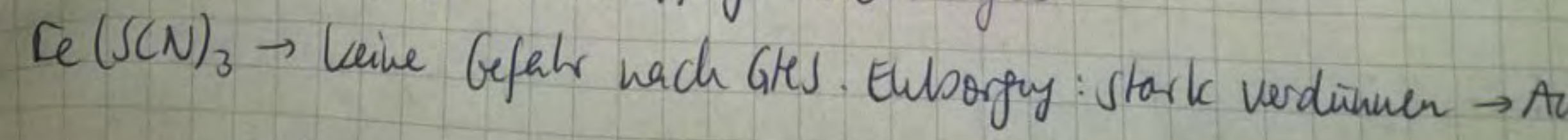
Entsorgung: Verkochen (nur verdünnt erhitzen!), Ausguss



P210

GHS02 → Signalwort: Gefahr

Entsorgung: Verdampfung oder Ausguss



$\text{NH}_4(\text{SCN})$ : H302 + H312 + H332  
- Lösung  
P273, P280  
GHS 07 → Signalwort: Achtung  
Entsorgung: saure Metallsäure

Diethylether: H224, H302, H336  
P210, P261  
GHS 02, GHS 07 → Signalwort: Gefahr  
Entsorgung: Verdampfen im Abzug (kleine Menge)

$\text{Co}(\text{NO}_3)_2$ -Lsg: H350i, H341, H360F, H334, H317, H410  
P201, P280, P273, P308 + P313, P304 + P341, P302 + P352  
GHS 08, GHS 09 → Signalwort: Gefahr  
Entsorgung: saure Metallsäure

$\text{CoAl}_2\text{O}_4$  → keine Gefahr nach GHS

$\text{ZnCO}_3$  → keine Gefahr nach GHS

$\text{ZnO}$ : H410  
P273, P501  
GHS 08 → Signalwort: Achtung  
Entsorgung: ansäuern, saure Schwermetallabfälle

$\text{CoO}$ : H302, H317, H410  
P273, P280, P501  
GHS 07, GHS 08 → Signalwort: Achtung  
Entsorgung: ansäuern, saure Schwermetallabfälle

Thioacetamid: H302, H315, H319, H350, H412  
- Lösung (TAA) P201, P273, P305 + P351 + P338, P308 + P313  
GHS 07, GHS 08 → Signalwort: Gefahr  
Entsorgung: verkochen; saure Metallsäure

$\text{MnS}$ : H315, H319, H335  
P261, P305 + P351 + P338  
GHS 07 → Signalwort: Achtung  
Entsorgung: saure Metallsäure

$\text{ZnS}$  → keine Gefahr nach GHS

$\text{NiS}/\text{Ni}_2\text{S}_3$ : H317, H341, H350i, H372, H410  
P201, P273, P280, P501, P308 + P313  
GHS 07, GHS 08, GHS 09 → Signalwort: Gefahr  
Entsorgung: fällt im Labor nicht an. Schwefel wird

Ansäuern,  $\text{H}_2\text{S}$  verkochen,  
Metallsulfidabfall sauer.

abzentrifugiert. (Unter Rühren in Natriumhypochlorit-Lösung eintragen, mehrere Tage einwirken lassen. Achtung: einige Stoffe reagieren heftig! Evtl. freigesetzte Gase (toxisch/brennbar) abbläsen. Überschuss an Oxidationsmittel mit Natriumthiosulfat zerstören. Entsorgung in saure Metalle)

## CHEMIKALIEN weiter

$\text{CoS} / \text{Co}_2\text{S}_3$  : H317, H400  
 P273, P280  
 GHS07, GHS09 → Signalwort: Achtung  
 Entsorgung: siehe  $\text{NiS} / \text{Ni}_2\text{S}_3$

$\text{MnO}_2 / \text{MnO}(\text{OH})_2$  : H302, H332  
 GHS07 → Signalwort: Achtung  
 Entsorgung: saure Metalle

$\text{PbO}_2$  : H272, H302, H332, H360DF, H373, H410  
 P201, P220, P273, P308+P313, P501  
 GHS03, GHS07, GHS08, GHS09 → Signalwort: Gefahr  
 Entsorgung: saure Metalle

Schwefel : H315  
 GHS07 → Signalwort: Achtung  
 Entsorgung: Feststoffabfälle kontaminiert

Aceton : H225, H319, H336  
 P240, P261, P305+P351+P338  
 GHS02, GHS07 → Signalwort: Gefahr  
 Entsorgung: Verkochen; halogenfreie organische Lösemittel

$\text{Co}(\text{SCN})_2$  : H302, H312, H332, H410  
 P273, P280, P501  
 GHS07, GHS09 → Signalwort: Achtung  
 Entsorgung: ansäuern, saure Schwermetallabfälle

Dimethylglyoxim : H228, H301  
 P201, P301+P310  
 GHS02, GHS06 → Signalwort: Gefahr  
 Entsorgung: ~~saure Metalle~~ ; saure Schwermetallabfälle  
 $[\text{Ni}(\text{dado})_2]$

OK MS

## ANHANG - H- und P-SÄTZE - ERGÄNZUNG

### H- und P-Sätze

- H 224: Flüssigkeit und Dampf extrem entzündbar
- H 225: Flüssigkeit und Dampf leicht entzündbar
- H 228: Entzündbarer Feststoff
- H 311: Giftig bei Hautkontakt
- H 312: Gesundheitsschädlich bei Hautkontakt
- H 336: Kann Schläfrigkeit und Benommenheit verursachen
- H 350I: Kann bei Einnahmen Krebs erzeugen
- H 351: Kann vermutlich Krebs erzeugen
- H 360F: Kann die Fruchtbarkeit beeinträchtigen
- H 372: Schädigt die Organe bei längerer oder wiederholter Exposition.
- H 341: Kann vermutlich genetische Defekte verursachen

- P 310: Sofort Giftinformationszentrum oder Arzt anrufen.
- P 320: Besondere Behandlung dringend erforderlich
- P 361: Alle kontaminierten Kleidungsstücke sofort ausziehen.
- P 303 + P 361 + P 353: Bei Kontakt mit der Haut: Alle beschmutzten Kleidungsstücke sofort ausziehen. Haut mit Wasser abwaschen.
- P 304 + P 341: Bei Einatmen: Bei Atembeschwerden ausziehen. Haut mit Wasser abwaschen. Zu frische Luft bringen und in eine Position ruhigstellen die das Atmen erleichtert.

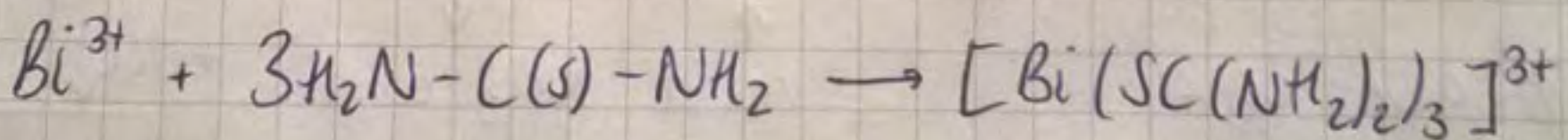
## VORPROTOKOLL - 3. ANALYSE <sup>Salzsäuregruppe</sup> <sup>Schwefelwasserstoffgruppe</sup>

Zu analysierende Anionen:  $\text{SO}_4^{2-}$ ,  $\text{Cl}^-$ ,  $\text{NO}_3^-$ ,  $\text{CO}_3^{2-}$  (1. Analyse)  
Zu analysierende Kationen:  $\text{Ag}^+$ ,  $(\text{Pb}^{2+}) \rightarrow$  Salzsäuregruppe  
 $\text{Pb}^{2+}$ ,  $\text{Bi}^{3+}$ ,  $\text{Cu}^{2+}$ ,  $\text{Sb}^{3+}$ ,  $\text{Sn}^{3+} \rightarrow$  Schwefelwasserstoffgruppe

### Kationenanalyse - Vorproben

#### Bismutrutsche:

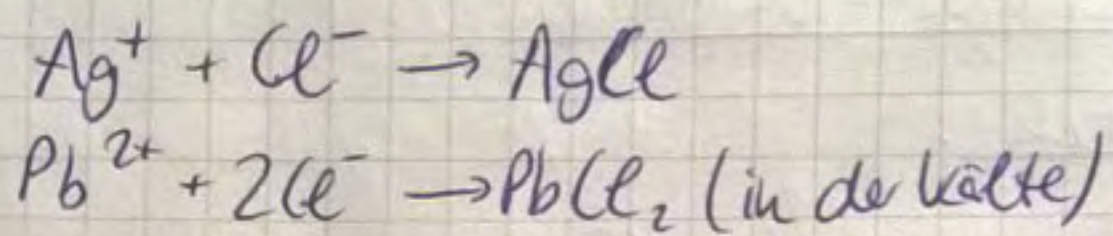
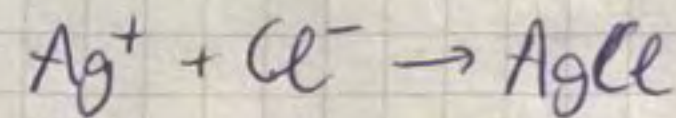
Aus Filterpapier (ca.  $10 \times 2 \text{ cm}$ ) wird eine Rinne gefaltet. Auf dieser werden von oben nach unten die Ursubstanz, Natriumfluorid, Natriumchlorid, Natrium-/oder Kaliumtartrat und Thioharnstoff aufgetragen. Die Rinne wird dann schräg gehalten, so dass die Ursubstanz oben und Thioharnstoff unten ist. Nun wird etwas verdünnte  $\text{HNO}_3$  auf die Ursubstanz getropft, so dass die Salpetersäure die Rinne „herunterrutscht“.  $\text{NaF}$  komplexiert  $\text{Fe}^{3+}$  und  $\text{Al}^{3+}$ , durch  $\text{NaCl}$  wird  $\text{Ag}^+$  und  $\text{Hg}_2^{2+}$  als  $\text{AgCl}$  bzw.  $\text{Hg}_2\text{Cl}_2$  ausgefällt und das Tartrat komplexiert vorhandenes  $\text{Sb}^{3+}$  und  $\text{Sn}^{3+}$ . Falls Bismut in der Ursubstanz ist, bildet sich ein gelber Thioharnstoff-Komplex.



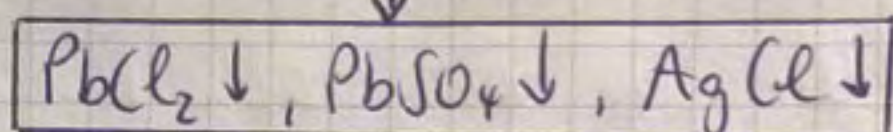
$\rightarrow$  Blindprobe machen!

## Trennungsgang der Salzsäure-Gruppe:

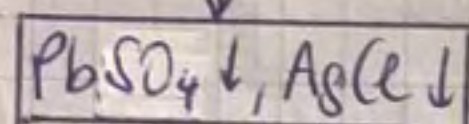
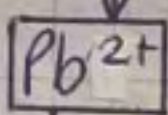
Probe in  $\text{HNO}_3$  lösen. Die Lösung in der Kälte mit halbkonzentrierter  $\text{HCl}$  versetzen bis kein Niederschlag mehr fällt.



→  $\text{H}_2\text{S}$ -Gruppe

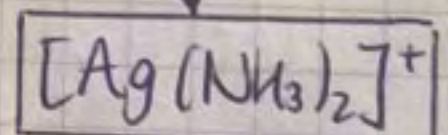
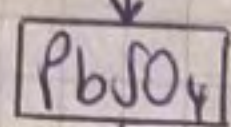
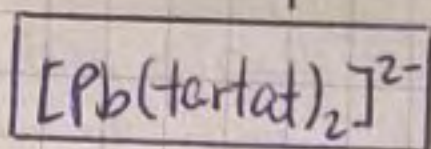
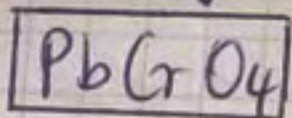


Den Niederschlag mehrmals mit heißem Wasser digerieren und heiß zentrifugieren, so dass  $\text{PbCl}_2$  wieder in Lösung geht und  $\text{AgCl}$  bzw.  $\text{PbSO}_4$  abgetrennt werden können.

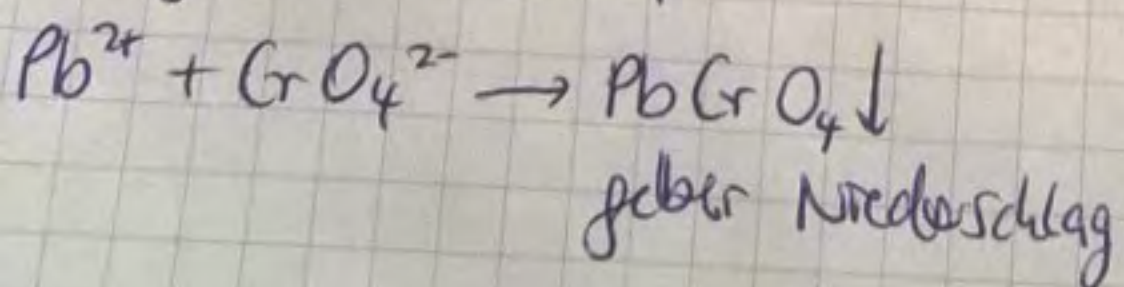


bei pH 4-7 mit einigen Tropfen  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ -Lösung versetzen

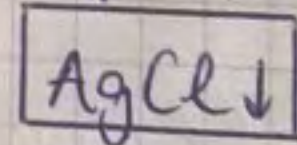
mit halbkonz.  $\text{NH}_3$  digerieren und zentrifugieren



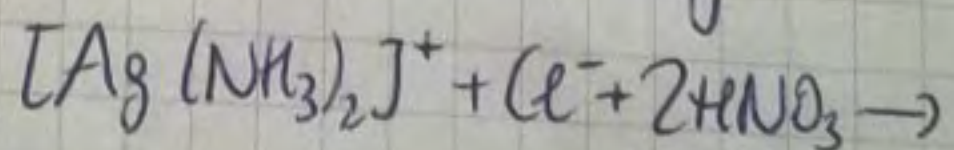
nach Zugabe von  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ -Lösung bildet sich in Anwesenheit von  $\text{Pb}^{2+}$  gelber  $\text{PbCrO}_4$



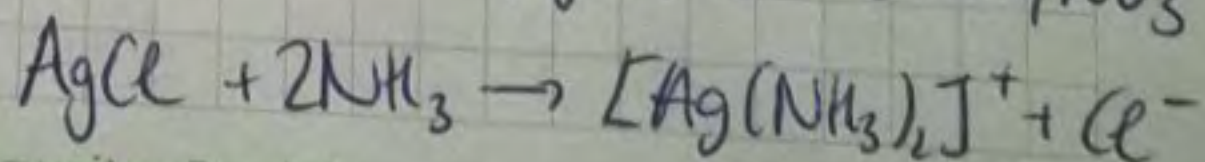
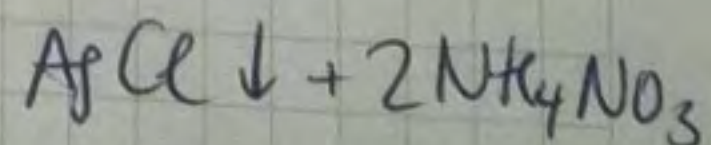
mit  $\text{NH}_3$  und Weinsäure versetzen



nach Zugabe von  $\text{HCl}$  bildet sich in Anwesenheit von  $\text{Ag}^+$  eine milchige Suspension / weißer Niederschlag

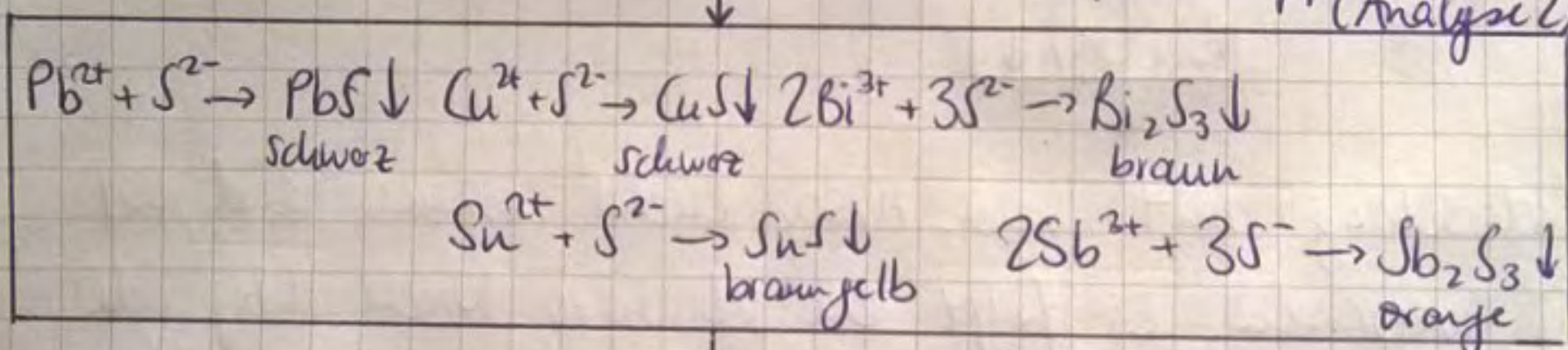
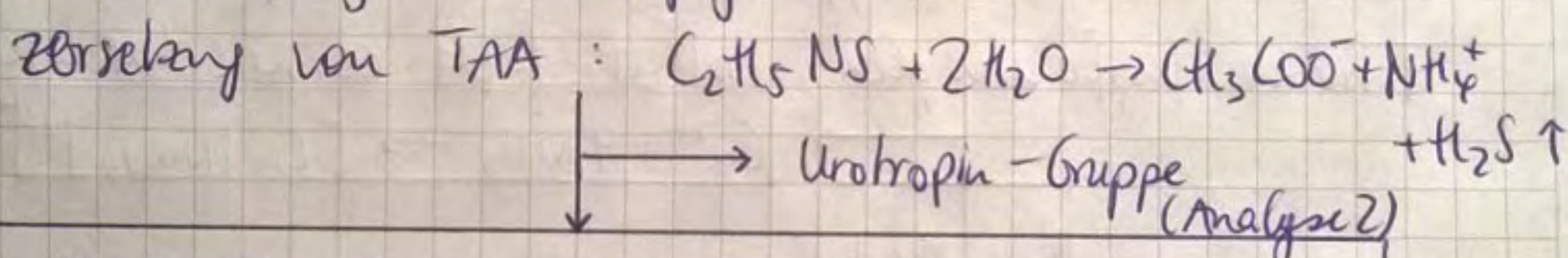


(mit  $\text{NH}_3$ )

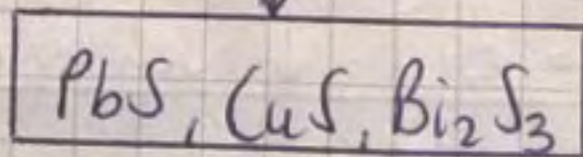


## Trennungsgang der Schwefelwasserstoff-Gruppe

Das Zentrifugat zwei Mal mit 2-3 ml konz. HCl bis fast (!) zur Trockene eindampfen, um Nitrat zu entfernen. Mit 5 Tropfen halbkonz. HCl und 10-15 ml H<sub>2</sub>O wird der pH-Wert auf 3-4 gebracht. Dann tropfenweise 2-5 ml TAA-Lösung (10%-ig) zugeben, bis Fällung vollständig abgeschlossen. Die Lösung 20 min im Wasserbad erwärmen und Niederschläge abzentrifugieren.

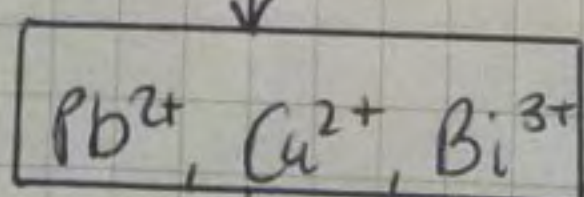


Niederschläge mit 2 ml (1% LiOH, 5% KNO<sub>3</sub>)-Lösung digerieren und erneut zentrifugieren.

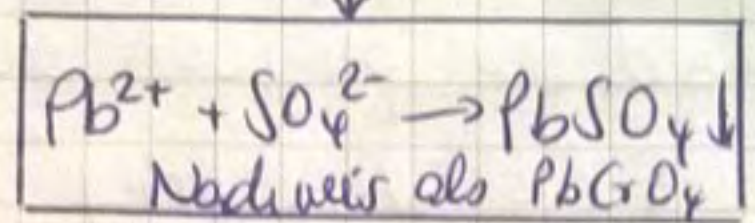
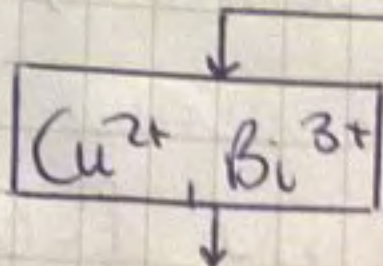


## Trennungsgang der Kupfergruppe

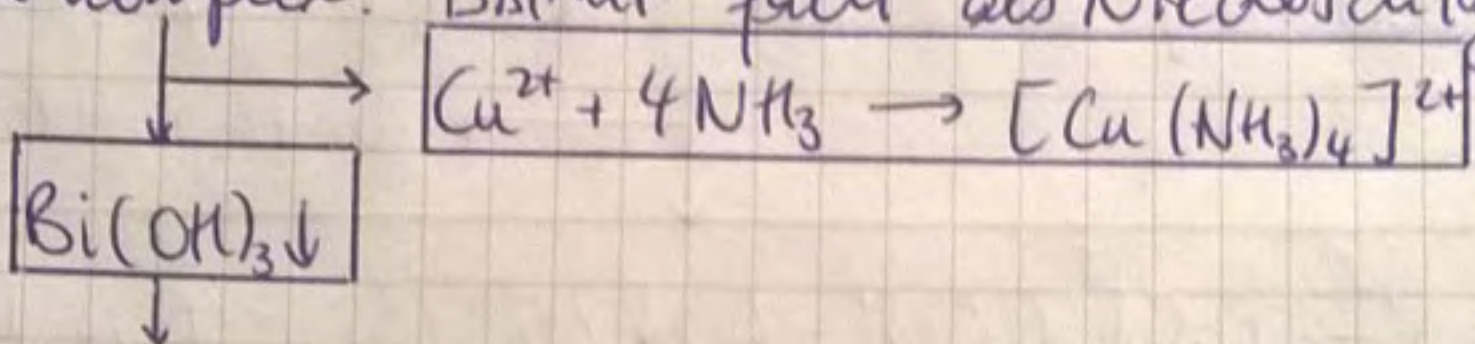
Niederschläge der Kupfergruppe konz. HNO<sub>3</sub>/H<sub>2</sub>O im Verhältnis 1:2 lösen und nach 2-3 Minuten abzentrifugieren.



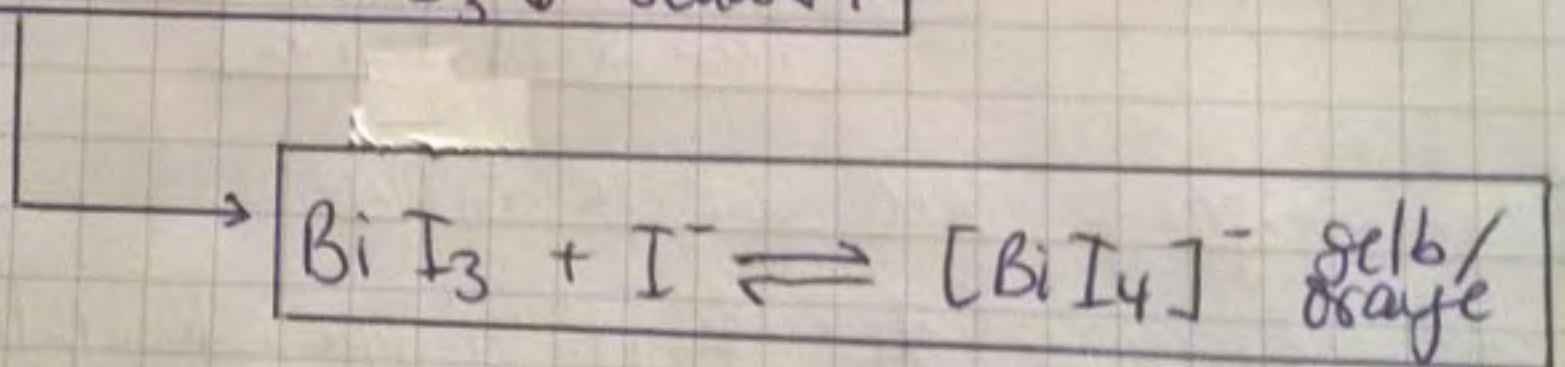
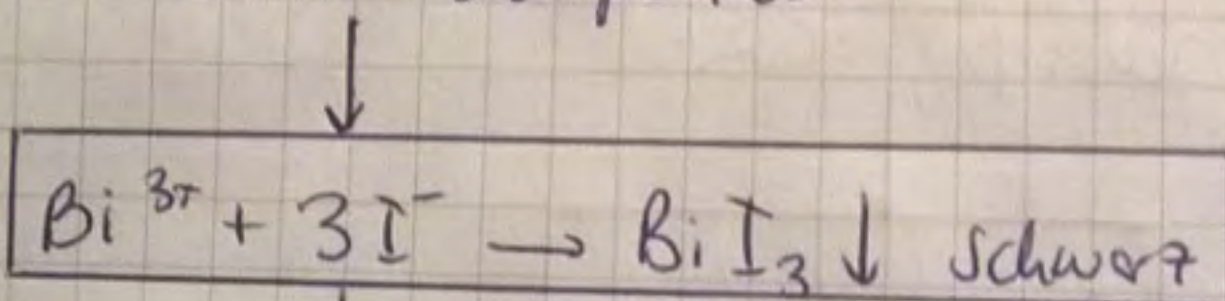
↓  
Das Filtrat mit 2-3 ml konz.  $H_2SO_4$  abrauchen (Porzellanschale)  
bis weißer Nebel <sup>( $HNO_3$ )</sup> entsteht, dann erkalten lassen. Die  
Lösung mit 1-2 ml verd.  $H_2SO_4$  versetzen und zentrifugieren



Filtrat tropfenweise mit konz.  $NH_3$  versetzen. Bei  
Anwesenheit von Kupfer entsteht ein tiefblauer  
Tetraaminkupferkomplex. Bismut fällt als Niederschlag aus.

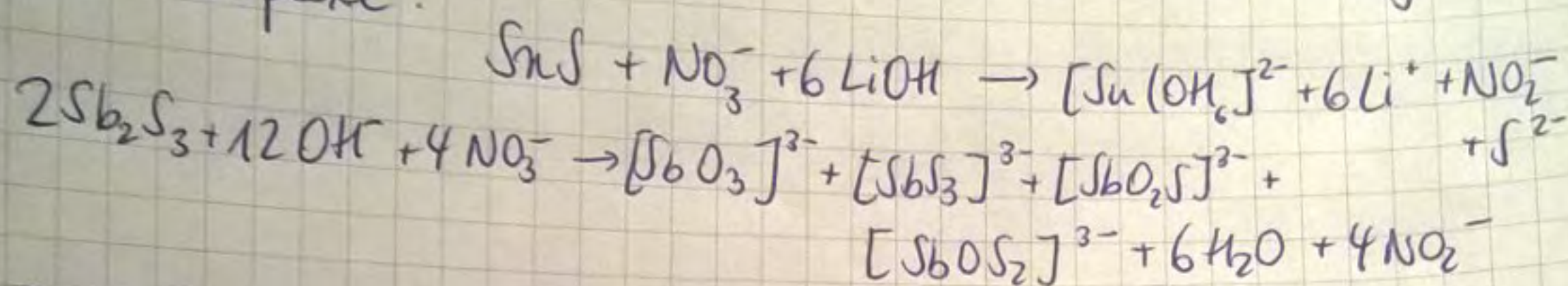


Niederschlag mit verd.  $H_2SO_4$  leicht ansäuern und mit  
 $KI$  versetzen. Es folgt ein schwerer Niederschlag der  
sich bei  $KI$ -Überschuss unter Bildung von gelben (orange)  
Tetraiodobismutat-Komplexes.

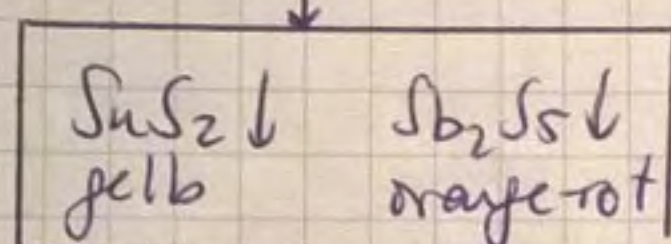


## Trennungsgang der Arsen-Zinn-Gruppe

$\text{SnS}$  und  $\text{Sb}_2\text{S}_3$  reagieren und bleiben in der Lösung als Komplexe:

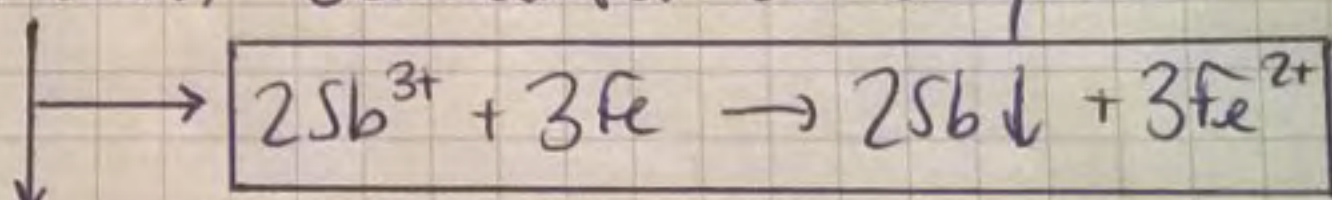


Das Zentrifugat tropfenweise mit  $\text{HCl}$  ansäuern und zentrifugieren, so dass  $\text{SnS}_2 \downarrow$  und  $\text{Sb}_2\text{S}_5 \downarrow$  ausfallen



Falls Niederschlag  
braun oder schwach  
→ Verunreinigung durch  
Sulfide aus Cu-Gruppe  
⇒ Differenz mit  
( $\text{LiOH}/\text{KNO}_3$ )-Lsg. wdh.

Niederschlag mit 1-2 ml konz.  $\text{HCl}$  unter Erwärmung wieder aufgelöst ( $[\text{SnCl}_6]^{2-}$ ,  $[\text{SbCl}_6]^-$ ) und mit einem Eisennagel reduziert, so dass elementares  $\text{Sb}$  ausfällt.



Das in der Lösung verbleibende  $\text{Sn}^{2+}$  wird durch die Leuchtprobe nachgewiesen:

Zur Probe werden einige Körner  $\text{Zn}$  und  $\text{Jmol}$  verd.  $\text{HCl}$  hinzugegeben. Zink reduziert schwerlösliche  $\text{Sn(IV)}$ -Verbindungen zu  $\text{Sn(II)}$  und bringt diese in Lösung. Ein mit kaltem Wasser halbgeladenes Reagenzglas wird in die Lösung getaucht und dann in die Bunsenbrennerflamme gehalten. Eine blaue Fluoreszenz zeigt  $\text{Sn}$  an. → Blindprobe, da sehr empfindlich

- P 320: Besondere Behandlung dringend erforderlich
- P 361: Alle kontaminierten Kleidungsstücke sofort ausziehen
- P 303 + P 361 + P 353: Bei Kontakt mit der Haut: Alle beschmutzte Kleidungsstücke sofort ausziehen. Haut mit Wasser abwaschen.
- P 304 + P 341: Bei Einatmen: Bei Atembeschwerden [ausziehen, Haut mit Wasser abwaschen]  
[an die frische Luft bringen und in eine Position ruhigstellen, die das Atmen erleichtert]

### Neue H- und P-Sätze (3. Analyse)

- H361d: Kann vermutlich das Kind im Mutterleib schädigen
- P281: vorgeschriebene persönliche Schutzkleidung verwenden

## CHEMIKALIEN

### Zu übernehmen aus Analyse 1:

|                                   |                         |
|-----------------------------------|-------------------------|
| $\text{HNO}_3$ (verd.)            | $\text{NH}_3$ (aq)      |
| $\text{AgCl}$                     | $\text{PbS}$            |
| $\text{HCl}$                      | $\text{H}_2\text{SO}_4$ |
| $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ |                         |

### Zu übernehmen aus Analyse 2:

Thioacetamid - Lösung (TAA)

### neue Chemikalien:

~~NaF~~ : H301, H315, H319  
P301+P310, P305+P351+P338  
GHS 06 → Signalwort: Gefahr  
Entsorgung: ansäuern; saure Schwermetallabfälle

$\text{NaCl}$  → keine Gefahr nach GHS

$\text{KNaC}_4\text{H}_4\text{O}_6$  → keine Gefahr nach GHS

Thioharnstoff: H302, H351, H361D, H411  
P273, P281

GHS 07, GHS 08, GHS 09 → Signalwort: Achtung  
Entsorgung: Feststoffabfälle kontaminiert

$\text{Bi}(\text{OH})_3$  → keine Gefahr nach GHS

$\text{PbCl}_2$ : H302, H332, H360Df, H373, H410

P201, P273, P308+P313, P501

GHS 07, GHS 08, GHS 09 → Signalwort: Gefahr  
Entsorgung: ansäuern; saure Schwermetallabfälle

$\text{PbSO}_4$ : H302, H332, H360Df, H373, H410

P201, P273, P308+P313, P501

GHS 07, GHS 08, GHS 09, → Signalwort: Gefahr  
Entsorgung: ansäuern; saure Schwermetallabfälle

$\text{PbCrO}_4$ : H350, H360Df, H373, H410

P201, P273, P308+P313, P501

GHS 08, GHS 09 → Signalwort: Gefahr

Entsorgung: ansäuern; saure Schwermetallabfälle

Weinsäure: H315, H319, H335

- Lsg

P261, P305+P351+P338

GHS 07 → Signalwort: Achtung

Entsorgung: saure Schwermetallabfälle

CuS → keine Gefahr nach GHS

Bi<sub>2</sub>S<sub>3</sub>: H315, H319, H335  
P261, P305 + P351 + P338  
GHS 07 → Signalwort: Achtung  
Entsorgung: ansäuern; saure Schwermetallabfälle

SnS: H315, H319, H335  
P261, P305 + P351 + P338  
GHS 07 → Signalwort: Achtung  
Entsorgung: ansäuern; saure Schwermetallabfälle

Sb<sub>2</sub>S<sub>3</sub>: H302, H332, H411  
P273  
GHS 07, GHS 09 → Signalwort: Achtung  
Entsorgung: ansäuern; saure Schwermetallabfälle

(1% LiOH, 5% KNO<sub>3</sub>): H272, H302, H331, H314  
- Lsg. P220, P261, P280, P305 + P351 + P338, P301 + P310  
GHS 02, GHS 06, GHS 07 → Signalwort: Gefahr  
Entsorgung: mit HCl ~~neutralisieren~~; saure Schwermetallabfälle  
**ansäuern**

KI: H302, H315, H319  
P305 + P351 + P338  
GHS 07 → Signalwort: Achtung  
Entsorgung: kontaminierte Feststoffabfälle  
Lsg.: ~~ansäuern~~ → ~~Schwermetallsatz~~ **Ausguss**

SnS<sub>2</sub> → keine Gefahr nach GHS

Sb<sub>2</sub>S<sub>5</sub>: H228, H302, H332, H411  
P210, P273  
GHS 02, GHS 07, GHS 09 → Signalwort: Gefahr  
Entsorgung: ansäuern; saure Schwermetallabfälle

Fe → keine Gefahr nach GHS **Feststoffabfälle**

Sb → keine Gefahr nach GHS

Sn: H319, H335  
P261, P305 + P351 + P338  
GHS 07 → Signalwort: Achtung  
Entsorgung: kontaminierte Feststoffabfälle

Zn → keine Gefahr nach GHS **Feststoffabfälle**

OK. S. Linen

# VOLLANALYSE

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

Zu analysierende Kationen:  $\text{Ag}^+$ ,  $\text{Pb}^{2+}$   
 $\text{Pb}^{2+}$ ,  $\text{Bi}^{3+}$ ,  $\text{Cu}^{2+}$ ,  $\text{Sb}^{3+}$ ,  $\text{Sn}^{3+}$   
 $\text{Fe}^{3+}$ ,  $\text{Al}^{3+}$ ,  $\text{Cr}^{3+}$   
 $\text{Ni}^{2+}$ ,  $\text{Co}^{2+}$ ,  $\text{Mn}^{2+}$ ,  $\text{Zn}^{2+}$   
 $\text{Ca}^{2+}$ ,  $\text{Sr}^{2+}$ ,  $\text{Ba}^{2+}$   
 $\text{Na}^+$ ,  $\text{K}^+$ ,  $\text{NH}_4^+$ ,  $\text{Mg}^{2+}$

## Vorgehensweise Vollanalyse:

**PROBE** → Beobachtung: auffällige Kristalle? (Farbe, Form)  
Geruch? ( $\text{H}_2\text{S}$ ,  $\text{NH}_3$  ... Vorsicht!)

↓  
mischen/mörsern

↓  
Anionennachweise:  $\text{CO}_3^{2-}$ -Nachweis aus der Ursubstanz  
 $\text{Cl}^-$ ,  $\text{NO}_3^-$ ,  $\text{SO}_4^{2-}$ -Nachweis aus Sodaextrakt  
→ Einzelnachweise aus Analyse 1

↓  
Kationenvorproben: (aus der Ursubstanz)  
• Phosphorsalzperle / Oxidationsschmelze  
• Leuchtprobe  
• Bismutputzprobe  
• Thénards Blau / Linmans Grün  
• Spektroskopieren  
•  $\text{NH}_4^+$ -Nachweis

↓  
Kationennachweise:

Probe in  $\text{HNO}_3$  lösen

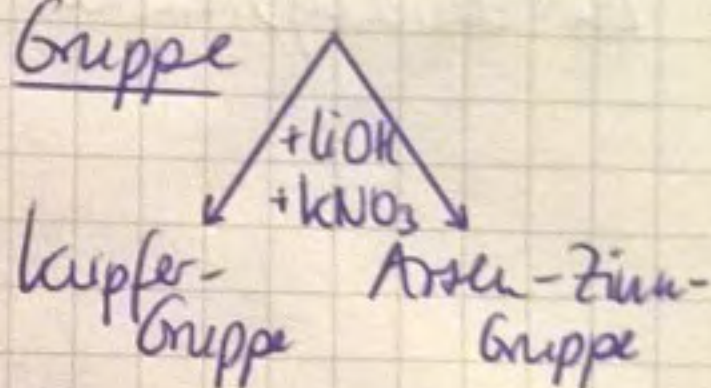
mit halbkonz.  $\text{HCl}$  versetzen

zwei Mal mit  $\text{HCl}$  eindampfen

um  $\text{HNO}_3$  zu entfernen

→ Niederschlag: Salzsäure-Gruppe  
(Einzelnachweise aus Analyse 3)

HCl bis pH=4, TAA dazu → Niederschlag: Schwefelwasserstoff-  
TAA verdampfen und  
( $\text{NH}_4$ ) $\text{CO}_3$  und HCl bis pH=5-6 Gruppe



Urotropin zugeben → Niederschlag: Urotropin-  
Urotropin verkochen  
und  $\text{NH}_3$  zutropfen bis pH=8 Gruppe (Einzelnachweise aus  
Analyse 3)  
(Einzelnachweise aus  
Analyse 2)

TAA dazu → Niederschlag: Ammoniumsulfid-Gruppe  
TAA verkochen  
(+ $\text{NH}_3$  dazu pH=8) (Einzelnachweise aus Analyse 2)

( $\text{NH}_4$ ) $\text{CO}_3$  dazu → Niederschlag: Ammoniumcarbonat-Gruppe  
(Einzelnachweise aus Analyse 1)

→ Lösliche Gruppe:

$\text{Na}^+$ ,  $\text{K}^+$  → Spektralanalyse

$\text{Mg}^{2+}$  → Magneson

$\text{NH}_4^+$  → Ursubstanz

} Einzelnachweise aus Analyse 1

# CHEMIKALIEN

## zu übernehmen aus Analyse 1:

|                                                    |                                                 |                                              |
|----------------------------------------------------|-------------------------------------------------|----------------------------------------------|
| $\text{Na}_2\text{CO}_3$                           | $(\text{NH}_4)\text{MgPO}_4$                    | $\text{BaCO}_3$                              |
| $\text{HNO}_3(\text{verd})(\text{konz})$           | $\text{CO}_2$                                   | $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$                 |
| $\text{AgNO}_3\text{-Lsg}$                         | $\text{NH}_4\text{Cl}$                          | $\text{CH}_3\text{COOH}$                     |
| $\text{AgCl}$                                      | $\text{MgCl}_2$                                 | $\text{CH}_3\text{COONa}$                    |
| $\text{NH}_3(\text{aq})(\text{verd})(\text{konz})$ | $\text{Pb}(\text{CH}_3\text{COO})_2\text{-Lsg}$ | $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7\text{-Lsg}$ |
| $\text{HCl}(\text{verd})(\text{konz})$             | $\text{PbS}$                                    | $\text{BaCrO}_4$                             |
| $\text{BaCl}_2\text{-Lsg}$                         | $\text{H}_2\text{S}$                            | $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4\text{-Lsg}$      |
| $\text{BaSO}_4$                                    | $\text{NaOH}$                                   | $\text{MgSO}_4$                              |
| $\text{H}_2\text{SO}_4(\text{verd})(\text{konz})$  | Magneson                                        | $\text{CaSO}_4$                              |
| $\text{FeSO}_4\text{-Lsg}$                         | $\text{CaCO}_3$                                 | $\text{SrSO}_4$                              |
| $\text{Ba}(\text{OH})_2\text{-Lsg}$                | $\text{SrCO}_3$                                 | $\text{Mg}(\text{OH})_2$                     |
| $\text{Ca}(\text{OH})_2$                           | $\text{Sr}(\text{OH})_2$                        | $\text{Ba}(\text{OH})_2$                     |

## zu übernehmen aus Analyse 2:

|                                        |                                       |                                    |
|----------------------------------------|---------------------------------------|------------------------------------|
| $\text{C}_6\text{H}_{12}\text{N}_4$    | $\text{Mn}(\text{OH})_2$              | $\text{CoAl}_2\text{O}_4$          |
| $\text{CH}_2\text{O}$                  | Ethanol                               | $\text{ZnCO}_3$                    |
| $\text{Fe}(\text{OH})_3$               | $\text{Fe}(\text{SCN})\text{-Lsg}$    | $\text{ZnO}$                       |
| $\text{Al}(\text{OH})_3$               | $\text{NH}_4(\text{SCN})\text{-Lsg}$  | $\text{CoO}$                       |
| $\text{KOH}$                           | Diethylether                          | $\text{TAA-Lsg}$                   |
| $\text{H}_2\text{O}_2$                 | $\text{Co}(\text{NO}_3)_2\text{-Lsg}$ | $\text{MnS}$                       |
| $\text{ZnS}$                           | $\text{NiS}/\text{Ni}_2\text{S}_3$    | $\text{CoS}/\text{Co}_2\text{S}_3$ |
| $\text{MnO}_2/\text{MnO}(\text{OH})_2$ | $\text{PbO}_2$                        | Schwefel                           |
| Aceton                                 | $\text{Co}(\text{SCN})_2$             | Dimethylglyoxim                    |

Zu übernehmen aus Analyse 3:

$\text{NaCl}$

$\text{KNaC}_4\text{H}_4\text{O}_6$

Thioharnstoff

$\text{Bi}(\text{OH})_3$

$(1\% \text{LiOH}, 5\% \text{KNO}_3)\text{-Lsg}$

$\text{Sb}_2\text{S}_5$

$\text{Sn}$

$\text{PbCl}_2$

$\text{PbSO}_4$

$\text{PbCrO}_4$

Weinstock-Lsg

$\text{KI}$

$\text{Fe}$

$\text{Zn}$

$\text{Cu}$

$\text{Bi}_2\text{S}_3$

$\text{SnS}$

$\text{Sb}_2\text{S}_3$

$\text{SnS}_2$

$\text{Sb}$