

Praktikumsskript

Anorganisch - Chemisches Grundpraktikum

Teil I

2. Auflage

Literatur:

- Biltz-Klemm-Fischer: *Experimentelle Einführung in die Anorganische Chemie*, 73. Auflage, de Gruyter, Berlin **1986**.
- Jander-Blasius: *Lehrbuch der analytischen und präparativen anorganischen Chemie*, 15. Auflage, Hirzel, Stuttgart **2002**. (**JaBla**)
- Christen-Meyer: *Allgemeine und Anorganische Chemie, Band I und II*, 1. Auflage, Salle und Sauerländer, Frankfurt **1994**. (**ChristMey**)
- Riedel: *Anorganische Chemie*, 2. Auflage, de Gruyter, Berlin **1990**. (**Ried**)
- Holleman-Wiberg: *Lehrbuch der Anorganischen Chemie*, 101. Auflage, de Gruyter, Berlin **1995**. (**HoWi**)
- Mortimer: *Chemie, Das Basiswissen der Chemie*, 6. Auflage, Thieme, Stuttgart 1996. (**Mort**)

Vorwort

Dieses Praktikumsskript wird Sie während des ersten Teils des Anorganisch-Chemischen Grundpraktikums an der Universität zu Köln begleiten. Die Versuche sollen Sie an die Arbeitsweisen der Chemie heranführen. Darüber hinaus werden Sie die Grundlagen der Anorganischen Chemie erlernen, die Sie in den folgenden Praktikumsteilen dringend benötigen. Als Basis für das Skript wurde das mittlerweile nicht mehr aufgelegte Praktikumsbuch, der Biltz-Klemm-Fischer, Experimentelle Einführung in die Anorganische Chemie, gewählt. Bei Fragen empfiehlt es sich daher dieses Buch einzusehen.

Die Durchführung des Praktikums setzt ein hohes Maß an Selbststudium voraus. So ist es selbstverständlich, dass Versuche nur dann sinnvoll durchgeführt werden können, wenn man sich zuvor darüber informiert hat, was während des Versuches passiert und welche Produkte zu erwarten sind. Dieses Wissen wird am Anfang eines jeden Praktikumstages in einem Seminar überprüft. Das Praktikum kann und darf nur der-/diejenige durchführen, der/die sich über die Versuchsabläufe und die damit verbundenen Gefahren im Klaren ist. Andernfalls würde ein zu hohes Sicherheitsrisiko für alle Beteiligten des Praktikums bestehen. Auch die über die Versuche hinausgehende Theorie zu den jeweiligen Kapiteln gehört zum Lerninhalt des Praktikums und wird in Kolloquien überprüft.

Zur Information dienen jene Bücher, die in der Literaturliste aufgeführt sind. Bei den ersten beiden Büchern handelt es sich um Praktikumsbücher, der „Biltz-Klemm-Fischer“ wurde bereits erwähnt. Das zweite Buch, der „Jander-Blasius“, wird spätestens im dritten (Qualitativ-analytischen) Teil des Praktikums benötigt, es ist aber auch zu diesem Zeitpunkt schon sehr hilfreich. Die übrigen Bücher sind allgemeine Lehrbücher der Anorganischen Chemie. Dabei ist es selbstverständlich, dass nicht jede(r) jedes Buch benötigt. Die Liste soll Ihnen nur eine Auswahl zeigen, aus der Sie dann das für Sie geeignete Buch auswählen können. Natürlich können alle Bücher auch in der Bibliothek entliehen werden. Vor jedem Kapitel des Skripts sind Kapitelnummern angegeben, die den Lehrbüchern mit den oben genannten Auflagen entnommen sind. Die verwendeten Abkürzungen sind in der Literaturliste angegeben.

Köln, im Sommer 2003

Dr. Ina Krügermann
Dr. Sven Grupe

Vorwort zur zweiten Auflage

Das nun vorliegende Praktikumsskript ist eine vollständig aktualisierte und überarbeitete Auflage. Die Überarbeitung geht nicht nur auf die speziellen Gegebenheiten im Labor ein, sondern dient auch einer besseren Verständlichkeit des Skriptes für die Studierenden. Eine gründliche Vorbereitung im Selbststudium ist unabdingbare Voraussetzung für die erfolgreiche Durchführung des Praktikums! Sollten nach eingehendem Studium der jeweiligen Versuchsvorschriften noch Fragen verbleiben, dann wenden Sie sich an die AssistentInnen oder die Praktikumsleitung.

Köln, im Sommer 2005

Dipl.-Chem. Stefanie Hammerich
Dr. Anja Verena Mudring

Nichtmetallverbindungen, Teil I

Säuren, Basen, Salze

Literatur: JaBla 1.7; ChristMey I 14; Ried 3.7; HoWi VII.3; Mort 16

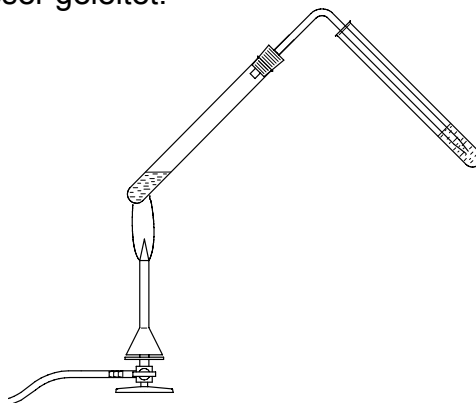
1. Etwas verdünnte Salzsäure wird mit einigen Tropfen der Lösungen folgender Indikatoren versetzt. Die Farben der Lösungen werden notiert.
 - a) Lackmus
 - b) Phenolphthalein
 - c) Methylorange
 - d) Methylrot
2. Etwas verdünnte Natronlauge wird mit einigen Tropfen der Lösungen folgender Indikatoren versetzt. Die Farben der Lösungen werden notiert.
 - a) Lackmus
 - b) Phenolphthalein
 - c) Methylorange
 - d) Methylrot
3. Zu ein wenig mit Lackmuslösung versetzter verdünnter Salzsäure wird tropfenweise verdünnte Natronlauge gegeben.

Chlor und Hydrogenchlorid

Literatur: JaBla 4.2.2.2; ChristMey II 19; Ried 4.4; HoWi XII.1.2; Mort 22

Alle Versuche sind unter dem Abzug durchzuführen!

1. Etwas konzentrierte Salzsäure wird erhitzt.
2. Eine Spatelspitze Natriumchlorid wird mit einigen Tropfen konzentrierter Schwefelsäure übergossen.
3. In ein Reagenzglas gibt man eine Zinkgranalie, befeuchtet mit etwas Wasser und gibt soviel konzentrierte Salzsäure hinzu, dass die Granalie gerade bedeckt ist. Man setzt auf das Reagenzglas einen mit einer Pasteurpipette durchbohrten Stopfen und stülpt über die Öffnung ein zweites Reagenzglas. Notfalls kann die Reaktion durch Erhitzen der Mischung in Gang gebracht werden. Nach einer halben Minute hebt man dieses Reagenzglas hoch, verschließt es sofort mit dem Daumen, dreht es um und öffnet es dicht an einer Flamme. Nachdem die entstehende Flamme erloschen ist, hält man das Reagenzglas noch einmal kurze Zeit über die Öffnung, so dass die Luft nur zum Teil aus dem Reagenzglas verdrängt wird und hält es dann erneut an die Flamme.
4. Zunächst biegt man ein etwa 25 cm langes Glasrohr in der Mitte so ab, dass es einen Winkel von etwa 70° einschließt. Dieses Rohr wird mit einem durchbohrten Stopfen versehen (**VORSICHT! Verletzungsgefahr!**). In das große Reagenzglas wird etwas Mangandioxid („Braunstein“) gegeben. Das Reagenzglas wird etwa 1 cm hoch mit konzentrierter Salzsäure gefüllt und dann mit dem durchbohrten Stopfen verschlossen. Ein kleines Reagenzglas wird zu etwa $2/3$ mit Wasser gefüllt und über das Gaseinleitungsrohr geschoben. Das Reaktionsgefäß wird nun vorsichtig erhitzt. Das entstehende Gas wird so durch das vorgelegte Wasser geleitet.



ACHTUNG! Das Zurücksteigen des Wassers in das Reaktionsgefäß ist zu vermeiden, indem man das mit Wasser gefüllte Reagenzglas entfernt, bevor die Wärmezufuhr gestoppt wird.

Die entstandene Lösung wird für die folgenden Reaktionen verwendet!

5. Etwas Lackmus- oder pH-Papier wird in den oberen Teil des Reagenzglases der in Versuch 4 erhaltenen Lösung gehalten. Zu etwas Indigo-Lösung gibt man einige Tropfen der in Versuch 4 erhaltenen Lösung.

6. In zwei Reagenzgläser, die mit iodidhaltiger bzw. bromidhaltiger Lösung gefüllt sind, werden einige Tropfen der in Versuch 4 erhaltenen Lösung gegeben. Anschließend gibt man etwas Dichlormethan zu und schüttelt kräftig. Die jeweiligen Farben der Lösungen werden notiert.

VORSICHT! Organische Lösungsmittel und deren Dämpfe sind leicht entzündlich! Abfälle mit organischen Lösungsmitteln werden separat in einem Behälter gesammelt.

7. Etwas Natriumchlorid wird in Wasser gelöst. Einige Tropfen Salpetersäure und anschließend Silbernitrat-Lösung werden hinzugegeben. **Nachweis für Chlorid!**
8. Etwas Natriumcarbonat wird in Wasser gelöst. Einige Tropfen Silbernitrat-Lösung werden zugegeben. Anschließend versetzt man mit etwas Salpetersäure.

Halogene und Hydrogenhalogenide

Literatur: JaBla 4.2.2; ChristMey II 19; Ried 4.4; HoWi XII.1 u. 2; Mort 22

1. Einige Körnchen Iod werden in

- a) Ethanol
- b) Dichlormethan
- c) Wasser

gelöst und die Farben der Lösungen notiert.

VORSICHT! Organische Lösungsmittel und deren Dämpfe sind leicht entzündlich! Abfälle mit organischen Lösungsmitteln werden separat in einem Behälter gesammelt.

2. Die wässrige Iod-Lösung wird so stark verdünnt, dass die braune Farbe kaum noch zu erkennen ist. Dann wird in der Wärme bereitete Stärke-Lösung zugesetzt.

3. Zu etwas festem Kaliumbromid wird konzentrierte Schwefelsäure zugesetzt.

ACHTUNG! Versuch auf jeden Fall unter dem Abzug durchführen!

4. Zu Natriumfluorid-Lösung wird Calciumchlorid-Lösung zugesetzt.

ACHTUNG! Bei Arbeiten mit Fluorwasserstoff oder seiner wässrigen Lösung, die auch mit dem Trivialnamen Flusssäure bezeichnet wird, ist größte Vorsicht geboten, weil Hydrogenfluorid, auch in Gasform, leicht in die Haut eindringt und kaum heilende Wunden erzeugen kann.



Halogensauerstoffverbindungen

Literatur: JaBla 4.2.2; ChristMey II 19; Ried 4.4; HoWi XII.4; Mort 22

Alle Versuche sind unter dem Abzug durchzuführen!

1. Ein Reagenzglas mit etwas Chlor-Lösung (siehe „Chlor und Hydrogenchlorid“ Versuch 4) wird nach Zugabe einiger Tropfen Natronlauge geschüttelt und der Geruch der Lösung wird vorsichtig (!!!) geprüft. Ein Teil der Lösung wird ein Tropfen Indigo-Lösung vergesetzt. Der Rest wird mit Schwefelsäure angesäuert und wieder vorsichtig (!!!) der Geruch geprüft.
2. Eine kleine Probe Kaliumchlorat wird in einem Reagenzglas mit konzentrierter Salzsäure schwach erwärmt. **Komproportionierung!**
3. Eine Kaliumchlorat-Lösung wird zunächst mit Silbernitrat-Lösung versetzt. Dann wird eine Zinkgranalie hinzugegeben und mit etwas verdünnter Schwefelsäure angesäuert.
4. Einige Tropfen Mangansulfat-Lösung (nicht Chlorid!) werden in einem Reagenzglas mit etwas konzentrierter Salpetersäure und einer kleinen Spatelspitze Kaliumchlorat versetzt und sehr vorsichtig im Wasserbad erhitzt.

VORSICHT! Bei zu starker Erwärmung Explosionsgefahr!

5. Etwas festes Kaliumchlorat wird in einem trockenen Reagenzglas geschmolzen. Nachdem man die Gasentwicklung einige Minuten in Gang gehalten hat, lässt man die Schmelze abkühlen und versucht dann die Mischung zu lösen. Das Gelöste wird mit Silbernitrat-Lösung versetzt. Ein Teil des unlöslichen Rückstands wird auf einen Objektträger aufgebracht und mit einigen Tropfen Wasser durch Erhitzen gelöst. Die sich beim Erkalten bildenden Kristalle werden unter dem Mikroskop beobachtet.
6. Etwas Natronlauge wird mit Brom-Lösung versetzt. Danach wird wieder angesäuert. **Disproportionierung!**
ACHTUNG! Brom-Lösung ist giftig und verursacht schmerzhafte Wunden auf der Haut!
7. Ein Tropfen Natriumiodid-Lösung wird mit Chlor-Lösung tropfenweise versetzt, bis die braune Farbe wieder verschwindet. Die erhaltene Lösung wird aufgeköcht und dann mit Natronlauge neutralisiert. (Lackmuspapier!) Nun wird zunächst etwas Natriumiodid-Lösung zugesetzt und anschließend angesäuert.
8. Eine verdünnte Lösung, die wenig Alkalimetalliodid und -bromid enthält wird zunächst mit einem Tropfen Chlor-Lösung und etwas Dichlormethan versetzt und geschüttelt. Dann gibt man nach und nach mehr Chlor-Lösung zu und beobachtet die Farben der organischen Phase. **Nachweis von Bromiden und Iodiden nebeneinander!**

VORSICHT! Organische Lösungsmittel und deren Dämpfe sind leicht entzündlich! Abfälle mit organischen Lösungsmitteln werden separat in einem Behälter gesammelt.

Schwefelsäure

Literatur: JaBla 4.2.3.2; ChristMey II 18; Ried 4.5; HoWi XIII.2.5; Mort 24

Beim Arbeiten mit Schwefelsäure ist besonders große Vorsicht und Sauberkeit nötig!

1. Man übergießt ein Stück Papier, das in einer Abdampfschale liegt, mit einigen Tropfen konzentrierter Schwefelsäure. Ein Streichholz ohne Kuppe wird in einem Reagenzglas mit wenig konzentrierter Schwefelsäure übergossen.

2. Zu etwas Wasser wird aus einem zweiten Reagenzglas etwa der gleiche Raumteil konzentrierte Schwefelsäure zugegossen.

VORSICHT! Starke Erwärmung! Bei der Herstellung größerer Mengen verdünnter Schwefelsäure stets die konzentrierte Säure langsam und unter guter Durchmischung zum Wasser gießen. Nie umgekehrt! Heiße, konzentrierte Schwefelsäure darf keinesfalls verdünnt oder in den Ausguss gegossen werden!

3. Etwa 2 ml konzentrierte Ameisensäure werden mit etwa 1 ml konzentrierter Schwefelsäure versetzt.

ACHTUNG! Versuch auf jeden Fall unter dem Abzug durchführen!

4. Man erhitzt etwas konzentrierte Schwefelsäure in einem trockenen Reagenzglas.

5. Eine Zinkgranalie wird mit etwas verdünnter Schwefelsäure und einigen Tropfen konzentrierte Schwefelsäure übergossen. Unter Umständen wird etwas erwärmt.

6. Eine Zinkgranalie wird in einem trockenen Reagenzglas mit etwas konzentrierter Schwefelsäure übergossen. Die Reaktion wird durch leichtes Erwärmen gestartet; sollte sie nachlassen, kann sie durch erneutes Erwärmen wieder in Gang gebracht werden.

7. Einige Tropfen verdünnte Schwefelsäure werden mit einigen Millilitern Wasser verdünnt. Dann werden einige Tropfen Bariumchlorid-Lösung zugesetzt.

Nachweis für Sulfat!

8. Man gibt zu Bariumchlorid-Lösung konzentrierte Salzsäure oder konzentrierte Salpetersäure. Anschließend wird mit Wasser verdünnt.

Schweflige Säure


Literatur: JaBla 4.2.3.2; ChristMey II 18; Ried 4.5; HoWi XIII.2.5; Mort 24

Alle Versuche sind unter dem Abzug durchzuführen!

1. Auf einem Porzellan-Tiegeldeckel wird ein Stückchen Schwefel entzündet.
2. Etwas Kupfer-Pulver wird in ein großes Reagenzglas gefüllt und mit konzentrierter Schwefelsäure übergossen. Analog zu Versuch 4, Kapitel „Chlor und Hydrogenchlorid“ wird hier Schwefeldioxid hergestellt und in Wasser eingeleitet.

ACHTUNG! Hier ist es wichtig, das Zurücksteigen des Wassers in das Reaktionsgefäß zu vermeiden, da dieses mit der heißen, konzentrierten Schwefelsäure explosionsartig reagieren würde!

Die erhaltene Lösung wird für die nächsten Versuche benötigt!

3. Man erhitzt einen Teil der Lösung aus Versuch 2.
4. Lösungen von Iod ($KI \cdot I_2$) und Brom werden mit etwas Lösung aus Versuch 2 versetzt.
5. Zu etwas Quecksilber(II)-chlorid-Lösung wird das drei- bis vierfache Volumen der Lösung aus Versuch 2 gegeben und erwärmt. 

Säuren des Schwefels

Literatur: JaBla 4.2.3.2; ChristMey II 18; Ried 4.5; HoWi XIII.2.5; Mort 24

Alle Versuche sind unter dem Abzug durchzuführen!

1. Zu einer stark verdünnten Chromalaun-Lösung ($\text{KCr}(\text{SO}_4)_2$) wird eine Spatelspitze Ammonium-peroxodisulfat ($(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$) gegeben. Die Mischung wird wenige Minuten gekocht.
2. Einigen Tropfen Mangan(II)-sulfat-Lösung werden mit verdünnter Schwefelsäure angesäuert, verdünnt und dann mit einer Spatelspitze Ammonium-peroxodisulfat versetzt. Danach wird die Mischung leicht erwärmt.
3. Versuch 2 wird unter Zusatz von etwas Silbernitrat-Lösung wiederholt.
4. Etwas Mangan(II)salz-Lösung wird mit wenig Hydrogenperoxid und so viel verd. Ammoniak-Lösung versetzt, dass die Fällung gerade vollständig ist. Danach wird Schweflige Säure (Herstellung siehe „Schweflige Säure“ Versuch 2 oder SO_2 aus der Stahlflasche im H_2S -Raum) zugesetzt und erwärmt.
5. Schweflige Säure wird mit Natriumsulfid-Lösung versetzt. **Wackenrodersche Flüssigkeit!**
6. Zu einer Lösung mit hohem SO_2 -Gehalt (Zur Herstellung der Lösung kann SO_2 aus der Stahlflasche im H_2S -Raum verwendet werden.) wird eine Zinkgranalie gegeben. Danach gibt man einen Tropfen Indigo-Lösung zu. Zum Vergleich gibt man einen Tropfen Indigo-Lösung zu einer normal konzentrierten Schwefligen Säure.
7. Etwas stark verdünnte Natriumthiosulfat-Lösung wird mit verdünnter Schwefelsäure versetzt.
8. Etwas Natriumthiosulfat-Lösung wird mit Iod-Lösung ($\text{KI} \cdot \text{I}_2$) versetzt.
9. Zu etwas Natriumthiosulfat-Lösung wird Brom-Lösung zugesetzt.

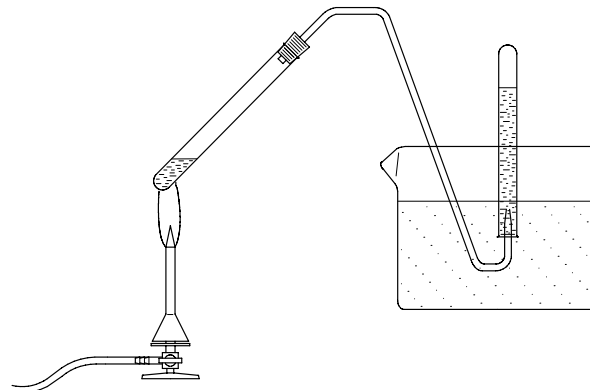
ACHTUNG! Brom-Lösung ist giftig und verursacht schmerzhaftes Wunden auf der Haut!

Salpetersäure und Stickstoffoxide

Literatur: JaBla 4.2.4.1; ChristMey II 17; Ried 4.6.7; HoWi XIV 1.4 u. 1.5; Mort 25

Alle Versuche sind unter dem Abzug durchzuführen!

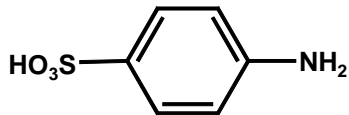
1. In einem Reagenzglas wird etwas Kaliumnitrat („Salpeter“) mit konzentrierter Schwefelsäure übergossen und erwärmt.
2. In einem Reagenzglas wird zu einer Zinngranalie etwas konzentrierte Salpetersäure gegeben.
3. In einem Reagenzglas wird zu einer Zinkgranalie etwas halbkonzentrierte Salpetersäure (Mischung von einem Teil Wasser mit einem Teil konzentrierter Salpetersäure) gegeben.
4. Man verwendet einen Versuchsaufbau mit Pneumatischer Wanne gemäß der Zeichnung. Ein Ende des Glasrohres wird mit einem durchbohrten Stopfen versehen und auf ein Reagenzglas gesteckt, das mit etwas Kupferpulver und halbkonzentrierter Salpetersäure versehen ist. Das andere Ende wird in das mit Wasser gefüllte, große Becherglas gehalten. Über dieses Ende stülpe man ein mit Wasser gefülltes Reagenzglas. Die Farben des entstehenden und des aufgefangenen Gases werden notiert. Nach einer Weile hebt man das Reagenzglas aus dem Wasser und notiert die Beobachtungen.



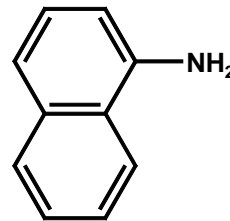
5. In einem Reagenzglas wird etwas verdünnte Salpetersäure auf das Doppelte verdünnt. Eine Zinkgranalie wird zugegeben und erhitzt.
6. In einem Reagenzglas werden zu einer Zinkgranalie etwa 6 Tropfen verdünnte Salpetersäure und 2 ml Natronlauge gegeben. Danach erhitzt man zum Kochen. In die entstehenden Dämpfe wird ein Streifen Lackmus- oder pH-Papier gehalten.

7. Man stellt ein Glühröhrchen her, indem man ein Stück Glasrohr an einer Seite zuschmilzt, füllt etwas festes Bleinitrat hinein und erhitzt.
8. Etwas festes Kaliumnitrat wird in einem Reagenzglas erhitzt. An die Öffnung des Glases wird ein glimmender Holzspan gehalten.
9. Ein Tropfen verdünnter Salpetersäure wird in einem Reagenzglas mit etwas Wasser verdünnt und mit frisch bereiteter Eisen(II)-sulfat-Lösung versetzt. Dann lässt man bei schräg gehaltenem Glas vorsichtig etwa 1 ml konzentrierte Schwefelsäure an der Glaswand entlang zufließen. Man erhält zwei Flüssigkeitsschichten, an deren Grenze sich ein brauner Ring bildet.
Ringprobe! Nachweis für Nitrat!
10. Einige Tropfen Kaliumnitrat-Lösung werden mit Eisessig angesäuert und auf der Tüpfelplatte mit je einem Tropfen Sulfanilsäure- und α -Naphthylamin-Lösung sowie einer Zinkgranalie versetzt. Eine Rotfärbung zeigt Nitrat an.
Lunges Reagenz! Nachweis für Nitrat!

Sulfanilsäure:



α -Naphthylamin:



Salpetrige Säure und Nitrite

Literatur: JaBla 4.2.4.1; ChristMey II 17; Ried 4.6.7; HoWi XIII 1.5; Mort 25

Alle Versuche sind unter dem Abzug durchzuführen!

1. Eine konzentrierte Kaliumnitrit-Lösung wird mit Schwefelsäure versetzt.
2. Ein Tropfen Kaliumnitrit-Lösung wird mit einigen Millilitern Wasser verdünnt. Dann fügt man einige Tropfen Natriumiodid-Lösung und Salz- oder Essigsäure zu. **Nachweis für Nitrit! Oxidationswirkung!**
3. Einige Tropfen Kaliumnitrit-Lösung werden mit verdünnter Schwefelsäure angesäuert und tropfenweise mit verdünnter Kaliumpermanganat-Lösung versetzt. **Reduktionswirkung!**
4. Eine stark verdünnte Alkalichlorat-Lösung wird mit Salpetersäure angesäuert. Dann gibt man etwas Kaliumnitrit zu. Nach etwa 5 Minuten wird die Lösung mit Silbernitrat-Lösung versetzt und aufgeköcht.
5. Zu einer sehr stark verdünnten Kaliumnitrit-Lösung wird etwas Sulfanilsäure- sowie α -Naphthylamin-Lösung und einige Tropfen Eisessig zugegeben. **Lunges Reagenz! Nachweis für Nitrit! Siehe auch den entsprechenden Nachweis für Nitrat.**
6. Eine Probe Kaliumnitrit-Lösung wird mit reichlich konzentrierter Harnstoff-Lösung versetzt, mit verdünnter Schwefelsäure angesäuert und einige Minuten stehen gelassen. Die Lösung wird analog zu Versuch 5 auf Nitrit-Anwesenheit geprüft.

Kohlenstoffdioxid und Kohlensäure

Literatur: JaBla 4.2.5.1; ChristMey II 16; Ried 4.7.6; HoWi XV.1.4; Mort 26

1. Eine Spatelspitze Calciumcarbonat wird in einem Reagenzglas mit verdünnter Salzsäure übergossen. An die Öffnung des Reagenzglases wird zunächst Lackmus- oder pH-Papier und dann ein glimmender Holzspan gehalten.
2. Auf eine Spatelspitze Natriumcarbonat wird etwas verdünnte Salzsäure gegeben. Auf das Reagenzglas wird ein Gärröhrchen gesteckt, in das etwas Calcium- oder Bariumhydroxidlösung gefüllt ist. **Nachweis für Carbonate!**
3. Kohlendioxid ist schwerer als atmosphärische Luft. Zu etwas Natriumcarbonat wird wenig verdünnte Salzsäure gegeben. Das entstehende Gas wird, als ob es eine Flüssigkeit wäre, in ein zweites Reagenzglas gegossen. In dieses Glas gibt man einen Tropfen Bariumhydroxid-Lösung.

Hydrosensulfid

Literatur: JaBla 4.2.3.2; ChristMey II 18; Ried 4.5.5; HoWi XIII.2.2; Mort 24

ACHTUNG! Hydrosensulfid ist ein sehr starkes Gift! Alle Versuche sind unter dem Abzug durchzuführen! Auch das Abfüllen der festen Sulfide erfolgt unter dem Abzug!

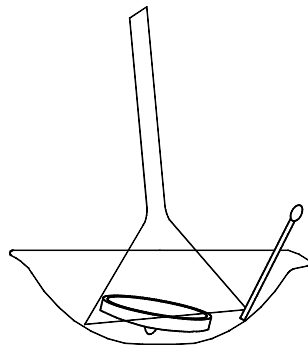


1. In ein Reagenzglas wird etwas Natriumsulfid gefüllt. Dann wird wenig verdünnte Salzsäure, die mit einigen Tropfen konzentrierter Salzsäure versetzt wird, zugegeben. Das Reagenzglas wird mit dem Gasentwicklungsapparat aus Versuch 2 Kapitel „Chlor und Hydrogenchlorid“ verschlossen. Dann wird leicht erwärmt bis die Gasentwicklung beginnt. Das Gas wird nacheinander in drei, mit verschiedenen Lösungen gefüllte Reagenzgläser eingeleitet:
 - a) destilliertes Wasser
 - b) verdünnte Ammoniak-Lösung
 - c) konzentrierte Schwefelsäure (**Wichtig! Vorher das Ableitungsrohr abtrocknen!**)
2. Einige Tropfen Iod-Lösung ($KI \cdot I_2$) werden mit etwas Lösung aus Versuch 1a versetzt.
3. Man gibt einige Tropfen der Lösung aus Versuch 1a zu schwach mit verdünnter Salzsäure angesäuerter
 - a) Kupfer(II)-salz-Lösung
 - b) Blei(II)-salz-Lösung
 - c) Zinn(II)-salz -Lösung
 - d) Kobalt(II)-salz-Lösung
 - e) Zinksalz-Lösung
4. Man gibt einige Tropfen von Lösung 1b zu
 - a) Kupfer(II)-salz-Lösung
 - b) Kobalt(II)-salz-Lösung
 - c) Zinksalz-Lösung
5. Ein Tropfen der Lösung aus Versuch 1b werden zu einigen Millilitern einer sehr stark verdünnten Lösung von Natrium-pentacyanonitrosylferrat(III)-dihydrat („Natriumnitroprussid“, $Na_2[Fe(CN)_5NO] \cdot 2 H_2O$) gegeben. **Nachweis für Sulfide und Hydrosensulfid!**
6. Auf eine feuchtes Filterpapier werden einige Tropfen Bleiacetat-Lösung gegeben. Die sulfidhaltige Probe (hier Na_2S -Lösung) wird mit konzentrierter Salzsäure versetzt und etwas erwärmt. Über die Öffnung des Reagenzglases hält man das Filterpapier. **Nachweis für Sulfide und Hydrosensulfid!**
VORSICHT! Bleipapier nicht direkt anfassen! Pinzette benutzen oder Handschuhe tragen!

Phosphorsäure - Saure Salze

Literatur: JaBla 4.2.4.2; ChristMey II 17; Ried 4.6.11; HoWi XIV.2.5; Mort 25

1. Unter dem **Abzug** wird ein Porzellantiegeldeckel - mit dem Griff nach unten - in eine Abdampfschale gelegt und auf ihn ein etwa erbsengroßes Stück roter Phosphor. Durch Berühren mit der Bunsenbrennerflamme wird der Phosphor entzündet, worauf man sofort einen trockenen Trichter über die Flamme in die Abdampfschale stellt. An einer Seite wird ein Streichholzstückchen unter den Trichter geschoben, damit ein Spalt bleibt, durch den die zur Verbrennung nötige Luft eintreten kann.



2. Wenige Tropfen Alkaliphosphat-Lösung werden mit einigen Tropfen verdünnter Salpetersäure angesäuert und dann mit etwa 2-3 ml Ammoniummolybdat-Lösung versetzt. Dann wird schwach erwärmt. **Nachweis für Phosphat aus saurer Lösung!**
3. Wenige Tropfen Alkaliphosphat-Lösung werden mit ebensoviel konzentrierter Salzsäure vermischt. Dazu werden die gleiche Menge Magnesiumchlorid-Lösung gegeben. Dann gibt man Ammoniak-Lösung hinzu, bis die Lösung auch nach dem Umschütteln noch deutlich danach riecht. **Nachweis für Phosphat aus ammoniakalischer Lösung!**
4. Wenige Tropfen Alkaliphosphat-Lösung werden mit etwas Silbernitrat-Lösung versetzt. Den entstehenden Niederschlag versucht man, in
 - a) Salpetersäure
 - b) Ammoniak-Lösungzu lösen.
5. Zu etwas Alkaliphosphat-Lösung wird Zirkoniumsalz-Lösung gegeben. Gegebenenfalls wird etwas erwärmt. **Nachweis für Phosphat! Auch in stark saurer Lösung!**

6. Man taucht das heiße Ende eines Magnesiastäbchens in etwas Phosphorsalz ($\text{NaNH}_4\text{HPO}_4 \cdot 4 \text{H}_2\text{O}$) und schmilzt das haften gebliebene Salz in dem heißesten Teil der Bunsenbrennerflamme, bis eine klare Schmelze entstanden ist, aus der sich keine Blasen mehr entwickeln. An die so hergestellten heißen Perlen bringt man sehr wenig der Oxide oder Salze von

- a) Kupfer
- b) Kobalt
- c) Nickel
- d) Eisen
- e) Chrom(III)

halte das Gemisch nochmals in die Flamme und notiere die Farben.

Wichtige Vorprobe auf die Kationen!

Kondensierte Phosphorsäuren

Literatur: JaBla 4.2.4.2; ChristMey II 17; Ried 4.6.11; HoWi XIV 2.5; Mort 25

Die Versuche werden jeweils in Gruppen durchgeführt!

1. Etwas Dinatrium-monohydrogenphosphat (Na_2HPO_4) wird in einem kleinen Porzellantiegel etwa zwei Stunden lang erhitzt. Der Rückstand wird in heißem Wasser gelöst. Ein Teil der entstandenen Lösung wird
 - a) mit Silbernitrat-Lösung versetzt.
 - b) mit einigen Tropfen konzentrierter Salpetersäure versetzt und etwa 10 Minuten erhitzt. (Reagenzglas in Wasserbad stellen.) Danach wird vorsichtig mit Ammoniak-Lösung neutralisiert (pH-Wert mit pH-Papier kontrollieren!) und mit Silbernitrat-Lösung versetzt.
 - c) mit einigen Tropfen Bariumnitrat-Lösung versetzt. Man versuche den Niederschlag in Säure zu lösen.
2. Etwas Mononatrium-dihydrogenphosphat (NaH_2PO_4) wird in einem Porzellantiegel nach vorsichtigem Anheizen zwei Stunden lang zur Schmelze erhitzt. Das Produkt, das Grahamsches Salz genannt wird, wird nach dem Abkühlen in heißem Wasser gelöst.
 - a) Ein Teil der Lösung wird mit verdünnter Essigsäure angesäuert und mit Bariumnitrat-Lösung versetzt. Man versuche den Niederschlag in Säure zu lösen.
 - b) Zu etwas Seifenlösung, die durch Schütteln zum Schäumen gebracht wurde, gibt man tropfenweise Calciumsulfat-Lösung zu, bis sich ein Niederschlag bildet. Hierzu wird etwas von der oben hergestellten Lösung des Grahamschen Salzes gegeben.
 - c) Ein Teil der Lösung wird mit einigen Tropfen Salpetersäure einige Zeit zum Sieden erhitzt. Nach Neutralisation mit Ammoniak-Lösung wird Silbernitrat-Lösung zugesetzt.

Metallverbindungen Teil I

Alkalimetalle und Ammonium

Literatur: JaBla 4.3.1; ChristMey II 3; Ried 4.10; HoWi XIV 1.2.2, XVIII; Mort 27.8

Natrium

1. Ein Stück Natrium wird abgeschnitten, mit etwas Filterpapier abgetrocknet und unter dem **Abzug** in eine große Schale mit Wasser geworfen. Man wiederholt den Versuch, wobei das Stück Natrium auf ein im Wasser schwimmendes Stück Papier gelegt wird. **Der Versuch wird von AssistentInnen vorgeführt!**
2. 2 bis 3 Spatelspitzen gelöschter Kalk ($\text{Ca}(\text{OH})_2$) werden mit Sodalösung (Na_2CO_3) einige Minuten gekocht, dann wird abfiltriert. Das Filtrat wird mit verdünnter Salzsäure versetzt.
3. Etwas festes Natriumhydroxid wird über Nacht in einer Abdampfschale stehen gelassen. Am nächsten Tag übergießt man die Masse in einem Reagenzglas mit verdünnter Salzsäure. Über das entstehende Gas wird ein Tropfen Calciumhydroxid-Lösung gehalten.
4. Man setzt etwas Natronlauge zu verdünnten Proben von
 - a) Calciumsalz-Lösung
 - b) Eisen(III)-salz-Lösung
 - c) Kupfersalz-Lösung
 - d) Kobaltsalz-Lösung
5. Eine Spur einer beliebigen Natriumverbindung wird an einem Platindraht (evtl. zu mehreren kaufen oder ersatzweise ein Magnesiastäbchen benutzen) in die Flamme gebracht. Der Platindraht kann zuvor durch Ausglühen gereinigt werden. Dazu wird der Draht mehrfach kurz in konzentrierte Salzsäure getaucht und erneut geglüht, bis keine Färbung der Flamme mehr beobachtet werden kann. **Nachweis für Natrium!**
6. Unter dem **Abzug** wird eine kleine Spatelspitze Natriumperoxid in einem trockenen staubfreien Reagenzglas mit zwei Tropfen konzentrierter Schwefelsäure übergossen. Über die Öffnung des Reagenzglases wird ein glimmender Holzspan gehalten.


VORSICHT! Verbrennende Teile des Holzspanes, die in das Gemisch am Boden des Glases fallen, können zu Verpuffungen und zum Verspritzen von konzentrierter Schwefelsäure führen!
7. Eine größere Menge Natriumperoxid wird auf einmal in wenig Wasser eingetragen. In ein zweites Reagenzglas wird dagegen nach und nach in kleinen Anteilen Natriumperoxid in kaltes Wasser gegeben. Diese zweite Lösung gibt man zu
 - a) Bleiacetatlösung
 - b) Mangansulfatlösung

Kalium

1. An die gereinigte Spitze eines Platindrahtes bzw. Magnesiastäbchens wird eine Spur eines Kaliumsalzes gebracht. Der Draht wird in die Flamme gehalten. Die Flammenfärbung wird mit Hilfe eines Spektroskops (***AssistentInnen fragen!***) und durch ein Kobaltglas beobachtet. Danach wird der Draht erneut ausgeglüht, und die Flammenfärbung einer Mischung eines Natrium- und eines Kaliumsalzes durch das Spektroskop sowie das Kobaltglas betrachtet. **Die Spektralanalyse ist eine Möglichkeit, Kalium nachzuweisen!**
2. Auf einen Objektträger wird ein Tropfen einer kaliumhaltigen Lösung und ein Tropfen Perchlorsäure gebracht. Der sich bildende Niederschlag wird durch sehr vorsichtiges (**!!!**) Erwärmen wieder in Lösung gebracht. Die sich bildenden Kristalle werden unter dem Mikroskop betrachtet (***AssistentInnen fragen!***). **Nachweis von Kalium!**

Ammonium

Alle Versuche sind unter dem Abzug durchzuführen!

1. In einem Reagenzglas wird eine kleine Probe Ammoniak-Lösung erwärmt. In die entweichenden Dämpfe wird ein mit Salzsäure befeuchteter Glasstab gehalten.
2. Ein Körnchen Ammoniumchlorid wird mit einigen Tropfen Natronlauge übergossen. Die Mischung wird erwärmt. In das entweichende Gas wird ein Stück feuchtes Lackmus- oder pH-Papier gehalten.
3. Man stellt sich etwas Nesslerisches Reagenz her: Dazu werden etwa 4 Tropfen Quecksilber(II)-chlorid-Lösung mit so viel Natriumiodid-Lösung versetzt, bis der auftretende Niederschlag wieder verschwunden ist. Dann wird die Lösung mit Natronlauge stark alkalisch gemacht. Wenige Tropfen dieser Lösung werden in ein Reagenzglas gegeben, in dem sich eine stark verdünnte Ammoniumsalz-Lösung befindet. **Nachweis von Ammoniumsalzen!** 
4. Wässrige Ammoniaklösung gibt man zu Lösungen von
 - a) Aluminiumsalz
 - b) Blei(II)-salz
 - c) Kobaltsalz
5. In einem Glühröhrchen wird etwas trockenes Ammoniumchlorid erhitzt.
6. In einem Reagenzglas wird etwas festes Ammoniumnitrat vorsichtig zum Schmelzen gebracht und später etwas stärker erhitzt, ohne die Glaswand oberhalb der Schmelze mit der Flamme zu berühren. Das entstehende Gas wird mit Hilfe der pneumatischen Wanne (siehe „Salpetersäure und Stickstoffoxide“ Versuch 5) aufgefangen. In das Reagenzglas hält man einen glimmenden Holzspan.
7. Um die thermische Zersetzung des selbst nicht haltbaren Ammoniumnitrits zu studieren, wird statt dessen das Gemisch einer Kaliumnitrit- mit einer Ammoniumsulfat-Lösung erhitzt. Das entweichende Gas wird mit einem brennenden Holzspan geprüft.

Lithium

An die gereinigte Spitze eines Platindrahtes bzw. Magnesiastäbchens wird eine Spur eines Lithiumsalzes gebracht. Der Draht wird in die Flamme gehalten. Die Flammenfärbung wird mit Hilfe eines Spektroskops (**AssistentInnen fragen!**) beobachtet. **Die Spektralanalyse ist eine Möglichkeit, Lithium nachzuweisen!**

1. Etwas nicht zu verdünnte Lithiumsalz-Lösung wird mit
 - a) Natriumcarbonat-Lösung
 - b) Dinatrium-monohydrogenphosphat-Lösung **Nachweis für Lithium! Lösung muss alkalisch sein, deshalb notfalls NaOH zugeben!**versetzt. Das Lösungsverhalten der Niederschläge wird in der Wärme und bei Raumtemperatur überprüft.


Erdalkalimetalle

Literatur: JaBla 4.3.1.6 u. 4.3.2; ChristMey II 4; Ried 4.9; HoWi XVII; Mort 27.9

Calcium

1. An die gereinigte Spitze eines Platindrahtes bzw. Magnesiastäbchens wird eine Spur eines Calciumsalzes gebracht und der Draht wird in die Flamme gehalten. Die Flammenfärbung wird mit Hilfe eines Spektroskops beobachtet (**AssistentInnen fragen!**). Gegebenenfalls kann die Spitze des Drahtes bzw. Magnesiastäbchens zwischendurch kurz in konzentrierte Salzsäure getaucht werden. **Die Spektralanalyse ist eine Möglichkeit, Calcium nachzuweisen!**
2. Ein Stückchen Marmor (Calciumcarbonat) wird auf der Magnesiumrinne stark erhitzt. Anschließend befeuchtet man die abgekühlte Masse indem tropfenweise Wasser hinzugefügt wird, allerdings nur so viel, wie das Stück aufgesaugt. Wenn gerade die geeignete Menge Wasser genommen wurde, entsteht ein trockenes weißes Pulver. Nimmt man zuviel Wasser, so bildet sich ein steifer Brei.
3. Zu Calciumsalz-Lösung gibt man etwas
 - a) Ammoniak-Lösung
 - b) Natriumhydroxid
 - c) Natrium- oder Ammoniumcarbonat
 - d) Schwefelsäure
 - e) Dinatrium-monohydrogenphosphat
 - f) Ammoniumoxalat **Nachweis für Calcium!**

Strontium und Barium

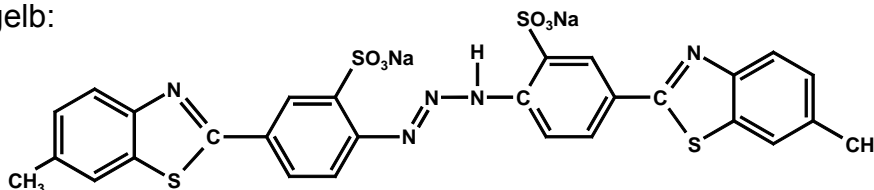
1. Die Flammenfärbung einiger Strontium- und Bariumsalze wird auch mit Hilfe des Spektroskops beobachtet. **Die Spektralanalyse ist eine Möglichkeit, Strontium und Barium nachzuweisen!**
2. Vergleich der Löslichkeiten der Sulfate von Calcium, Strontium und Barium:
 - a) Zu einer Strontiumsalz-Lösung wird der gleiche bis doppelte Raumteil Calciumsulfat-Lösung zugesetzt.
 - b) Zu etwas Bariumsalzlösung wird Strontiumsulfat-Lösung (aus Versuch 2a) gegeben.
 - c) Zu etwas Bariumsalzlösung gibt man Calciumsulfat-Lösung.
3. Man versetzt etwas Bariumchlorid-Lösung mit verdünnter Schwefelsäure
 - a) bei Raumtemperatur und filtriert.
 - b) wobei beide Lösungen zuvor zum Sieden erhitzt wurden und filtriert.
4. Zu etwas Bariumchlorid-Lösung wird Kaliumchromat-Lösung gegeben. Zu dem Niederschlag gibt man 
 - a) verdünnte Essigsäure
 - b) Salzsäure

Nachweis für Barium!

Magnesium

1. Ein etwa 3 cm langes Stück Magnesiumband wird an einer Seite mit einer Tiegelzange festgehalten. Das andere Ende hält man kurz in eine Flamme, bis es sich entzündet. (**ACHTUNG! Nie direkt in die Flamme sehen. Die intensive Strahlung kann zu erheblichen Augenschädigungen führen!!**) Der Verbrennungsrückstand wird in eine Porzellanschale gebracht.
2. Eine kleine Probe des Rückstandes wird mit einem Tropfen Wasser auf rotes Lackmuspapier gebracht.
3. Der Rest des Rückstandes wird mit möglichst wenig Salzsäure in der Hitze gelöst und die Lösung wird mit etwas Wasser verdünnt. Zu einem Teil dieser Lösung gibt man:
 - a) Ammoniak-Lösung
 - b) zunächst etwas Ammoniumchlorid. Dann wird mit Ammoniak-Lösung alkalisch gemacht und schließlich Dinatrium-monohydrogenphosphat-Lösung zugesetzt.
 - c) analog b), indem man einen Tropfen der ammoniakalischen Lösung und einen Tropfen der Dinatrium-monohydrogenphosphat-Lösung nebeneinander auf einen Objektträger aufbringt und mit einer feinen Glasspitze eine Verbindung zwischen den beiden Tropfen herstellt. Die Kristalle werden unter einem Mikroskop betrachtet. (**AssistentInnen fragen!**) **Nachweis für Magnesium!**
4. Ein Tropfen einer sauren Magnesiumsalz-Lösung wird auf der Tüpfelplatte mit einem kleinen Tropfen einer 0,1 %igen Lösung von Titangelb versetzt. Tropfenweise wird langsam Natronlauge bis zur stark alkalischen Reaktion zugegeben. Eine Rotfärbung bzw. ein roter Niederschlag zeigt Magnesium an. **Nachweis für Magnesium!**

Titangelb:



Chemisches Gleichgewicht

Literatur: JaBla 1.6; ChristMey I 12; Ried 3.5; HoWi VII 1; Mort 15

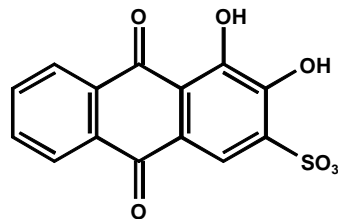
1. Man stellt eine annähernd gesättigte Lösung von Kupfer(II)-chlorid her. Die Farbe der Lösung wird notiert und dann nach und nach mit Wasser versetzt.
2. Zu einer sehr konzentrierten Kupfer(II)-chlorid-Lösung wird etwas konzentrierte Salzsäure gegeben. Die beobachteten Farben werden notiert.
3. Man bereitet eine bei Zimmertemperatur gesättigte Kaliumchlorat-Lösung, indem eine Probe Kaliumchlorat in heißem Wasser gelöst und die Lösung unter Umschwenken unter dem Wasserhahn auf Zimmertemperatur abgekühlt wird. Nach frühestens einer Stunde wird filtriert und je eine Probe der Lösung wird mit einigen Tropfen
 - a) Kaliumchlorid-Lösung
 - b) Kaliumnitrat-Lösung
 - c) Natriumchlorat-Lösung
 - d) Natriumchlorid-Lösungversetzt.
4. Zu einer schwach salzsauren Lösung von Bariumchromat (siehe „Strontium und Barium“ Versuch 4) wird Natriumacetat-Lösung gegeben.
5. Man gibt in zwei Reagenzgläser je etwa einen halben Milliliter verdünnte Ammoniak-Lösung und versetzt die eine Probe mit viel Ammoniumchlorid-Lösung, die andere mit der gleichen Menge Wasser. Zu beiden Lösungen werden einige Tropfen Phenolphthalein-Lösung gegeben.
6. Proben folgender Lösungen werden mit einigen Tropfen der Ammoniak-Lösung versetzt:
 - a) Magnesiumchlorid-Lösung
 - b) Zinksalz-Lösung
 - c) Eisen(III)-chlorid-Lösung
 - d) Aluminiumchlorid-Lösung
7. Proben folgender Lösungen werden mit einigen Tropfen der Ammoniumchlorid enthaltenden Ammoniak-Lösung versetzt:
 - a) Magnesiumchlorid-Lösung
 - b) Zinksalz-Lösung
 - c) Eisen(III)-chlorid-Lösung
 - d) Aluminiumchlorid-Lösung

Aluminium

Literatur: JaBla 4.3.3.6; ChristMey II 15; Ried 4.8.5; HoWi XVI 2; Mort 27.10

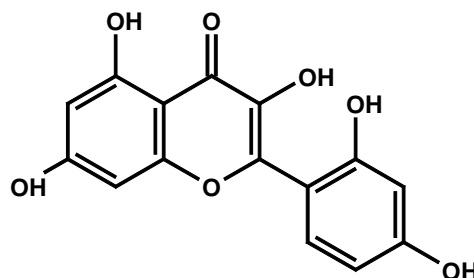
1. Etwas Aluminiummetall wird mit Natronlauge erwärmt.
2. Etwas Aluminiummetall wird in verdünnter Salzsäure gelöst. Zu einer Probe dieser Lösung gibt man tropfenweise Natronlauge, bis sich der gebildete Niederschlag wieder auflöst.
3. Ein Teil der Lösung aus Versuch 2 wird mit reichlich festem Ammoniumchlorid versetzt und erwärmt.
4. Zu etwas salzsaurer Aluminiumchlorid-Lösung gibt man
 - a) tropfenweise Ammoniaklösung.
 - b) zunächst etwas Weinsäure und anschließend Ammoniak.
 - c) sehr wenig Soda-Lösung (Na_2CO_3).
 - d) Soda-Lösung, bis die Lösung neutral ist, und schließlich Ammoniumsulfid-Lösung (Na_2S gelöst in NH_3).
5. Zu einer wässrigen Aluminiumsalz-Lösung wird Natriumhydroxid-Lösung zugegeben und gegebenenfalls erwärmt. Der Niederschlag wird abfiltriert, mit Wasser gewaschen und auf eine Magnesiumrinne gestrichen. Dann wird er in der Bunsenbrennerflamme geglüht. Der weiße Glührückstand wird mit einem Tropfen sehr verdünnter (!!!) Kobaltnitrat-Lösung befeuchtet und erneut geglüht.
Thénards Blau. Nachweis für Aluminium!
6. Zu sehr verdünnter, nur ganz schwach saurer Aluminiumsalz-Lösung gibt man etwa 1 ml einer Lösung von Alizarin S und dann so viel Ammoniak-Lösung, dass die Mischung dunkelrot wird. Nun wird mit verdünnter Essigsäure angesäuert. Es bildet sich ein roter Farblack. **Nachweis für Aluminium!**

Anion der Alizarinsulfonsäure:



7. Eine saure Aluminiumsalz-Lösung wird mit KOH (nicht NaOH!) alkalisch gemacht. Einige Tropfen der Lösung werden in einem Reagenzglas oder besser auf einer schwarzen Tüpfelplatte mit Eisessig angesäuert und mit einigen Tropfen einer methanolischen Morinlösung versetzt. Eine grüne Fluoreszenz zeigt Aluminium an, welche unter einer UV-Lampe gut sichtbar ist. Man führe auch eine Blindprobe durch. **Nachweis für Aluminium!**

Morin:



Eisen

Literatur: JaBla 4.3.3.5; ChristMey II 11; Ried 5.16; HoWi XXIX 1; Mort 27.12

1. Eine Phosphorsalzperle mit etwas Eisensalz wird hergestellt und die beobachteten Farben, in der Hitze und Kälte, werden notiert. **Wichtige Vorprobe zum Nachweis von Eisen!**
2. Etwas Eisenpulver wird mit möglichst wenig verdünnter Salzsäure, der etwas konzentrierte Salzsäure zugesetzt ist, gelöst. Die Lösung wird abfiltriert. Die Lösung wird mit
 - a) Natronlauge versetzt. Dann wird die Lösung geschüttelt.
 - b) farbloser Ammoniumsulfid-Lösung (Na_2S in NH_3 gelöst) versetzt.
 - c) gelber Ammoniumpolysulfid-Lösung ($\text{Na}_2\text{S} + \text{S}$ in NH_3 in der Hitze gelöst) versetzt.
 - d) reichlich Ammoniumchlorid-Lösung versetzt und ammoniakalisch gemacht. Dann wird Dinatrium-monohydrogenphosphat-Lösung zugegeben. **Verwechslungsmöglichkeit mit Magnesium!**
 - e) etwas konzentrierter Salpetersäure versetzt und erwärmt.
Die verwendete Lösung muss schnell verbraucht werden, da das Eisen(II) mit der Zeit an der Luft oxidiert wird!
3. Zu etwas Eisen(III)-salz-Lösung gibt man
 - a) Natronlauge oder Ammoniak-Lösung.
 - b) Natriumcarbonat.
 - c) verdünnte Salpetersäure.
 - d) verdünnte Salzsäure.
 - e) Natriumsulfid-Lösung.
 - f) Ammoniumsulfid-Lösung.
4. Etwas Eisen(III)-salz-Lösung wird mit Kaliumthiocyanat-Lösung versetzt. **Nachweis für Eisen(III)!**
5. Etwas Eisen(II)-salz-Lösung wird mit Kaliumthiocyanat-Lösung versetzt.
6. Etwas Kalium-hexacyanoferrat(II)-Lösung wird mit verdünnter Salzsäure angesäuert und mit einigen Tropfen einer frisch bereiteten Eisen(II)-salz-Lösung versetzt. Nachdem man die Farbe des Niederschlages notiert hat, schüttele man die Mischung. **Nachweis für Eisen!**
7. Zu ein wenig angesäuertes Kalium-hexacyanoferrat(II)-Lösung werden einige Tropfen Eisen(III)-chlorid-Lösung zugesetzt. **Berliner Blau. Nachweis für Eisen!**
8. Etwas Kalium-hexacyanoferrat(II) wird in einem Reagenzglas mit konzentrierter Schwefelsäure übergossen und erhitzt. Nach Einsetzen des Kochens wird die Masse von der Flamme entfernt und das entweichende Gas angezündet.
Der Versuch muss auf jeden Fall unter dem Abzug durchgeführt werden!

Kobalt

Literatur: JaBla 4.3.3.2; ChristMey II 11; Ried 5.16; HoWi XXX 1; Mort 27.12

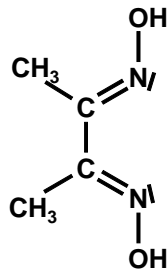
1. Eine Phosphorsalzperle mit etwas Kobaltsalz wird hergestellt und die beobachtete Farbe wird notiert. **Wichtige Vorprobe zum Nachweis von Kobalt!**
2. Etwas Kobalt(II)-salz-Lösung wird mit Natronlauge versetzt und erwärmt. Zu dem Gemisch wird etwas Brom-Lösung zugesetzt.
3. Etwas Kobalt(II)-salz-Lösung wird mit Ammoniumsulfid-Lösung versetzt. Man versucht einen Teil des Niederschlags mit verdünnter Salzsäure zu lösen.
4. Zu einer Probe einer sehr verdünnten Kobalt(II)-salz-Lösung wird bis zur Sättigung festes Ammoniumthiocyanat zugesetzt und dann mit etwa dem halben Raumteil Diethylether, dem einige Tropfen Pentanol („Amylalkohol“) zugesetzt sind, geschüttelt. **Nachweis für Kobalt! Wenn die Lösung Eisen-Ionen enthält, müssen diese zunächst entfernt bzw. maskiert werden. Erklären Sie wie.**
VORSICHT! Organische Lösungsmittel und deren Dämpfe sind leicht entzündlich! Abfälle mit organischen Lösungsmitteln werden separat in einem Behälter gesammelt.
5. Zu einer Kobalt(II)-salz-Lösung wird reichlich Ammoniak-Lösung zugesetzt. Die beobachteten Farben werden notiert.
6. Zu einer Kobalt(II)-salz-Lösung wird ein reichlicher Überschuss an Kaliumnitrit-Lösung zugesetzt. Danach wird Essigsäure zugesetzt. **Nachweis für Kobalt! Kann auch als Nachweis für Kalium verwendet werden!**

Nickel

Literatur: JaBla 4.3.3.1; ChristMey II 11; Ried 5.16; HoWi XXXI 1; Mort 27.12

1. Eine Phosphorsalzperle mit etwas Nickelsalz wird hergestellt und die beobachteten Farben werden notiert. **Wichtige Vorprobe zum Nachweis von Nickel!**
2. Zu einer Nickelsalz-Lösung wird Natronlauge zugesetzt. Anschließend wird Brom-Lösung hinzugegeben.
3. Zu einer Nickelsalz-Lösung wird Ammoniumsulfid-Lösung zugesetzt.
4. Eine Nickelsalz-Lösung wird tropfenweise mit Ammoniak versetzt. **Verwechslungsmöglichkeit mit Kupfer!**
5. Ein Tropfen Nickelsalz-Lösung wird mit Wasser verdünnt und dann mit etwa 0,5 ml einer alkoholischen Lösung von Dimethyglyoxim (auch Diacetyldioxim genannt) versetzt. **Nachweis für Nickel! In stark saurer Lösung wird die Fällung verhindert. Warum?**

Dimethyglyoxim:



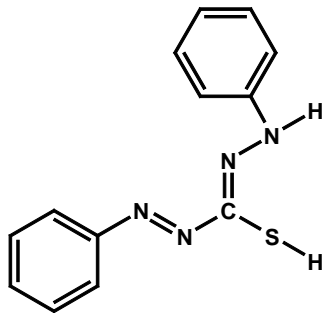
Zink

Literatur: JaBla 4.3.3.4; ChristMey II 14; Ried 5.9; HoWi XXIII 1; Mort 27.12

1. Zu etwas Zinksalz-Lösung gibt man
 - a) zunächst etwas Natronlauge und dann einen Überschuss.
 - b) soviel Natronlauge, dass etwas ungelöst bleibt. Danach wird abfiltriert, das Filtrat mit Wasser verdünnt und bis zum Kochen erhitzt.
 - c) soviel Natronlauge, dass etwas ungelöst bleibt. Danach wird abfiltriert und das Filtrat mit Natriumchlorid-Lösung versetzt.
2. Etwas des in Versuch 1 dargestellten Niederschlags wird auf einer Magnesiumrinne geglüht. Der weiße Glührückstand wird mit einem Tropfen sehr verdünnter Kobaltnitrat-Lösung befeuchtet und nochmals geglüht. **Rinmanns Grün. Nachweis für Zink!**
3. Zu einer schwach mit Salzsäure angesäuerten Zinksalz-Lösung wird wässrige Natriumsulfid-Lösung gegeben. Dann wird zu einer neutralen Zinksalz-Lösung ebenfalls Natriumsulfid-Lösung zugesetzt.
4. Zu einer Zinksalz-Lösung wird etwas Ammoniumchlorid und ein sehr geringer Überschuss Ammoniak gegeben. Dann wird Dinatrium-monohydrogenphosphat-Lösung zugesetzt. **Verwechslungsmöglichkeit mit Magnesium!**
5. Eine sehr stark verdünnte Zinksalz-Lösung wird mit etwa dem gleichen Volumen verdünnter Natronlauge versetzt und dann mit wenigen Millilitern einer Lösung von Dithizon in Dichlormethan geschüttelt. Die wässrige Schicht färbt sich rot. **Ähnliche Reaktionen mit Dithizon geben viele andere Schwermetalle!**

VORSICHT! Organische Lösungsmittel und deren Dämpfe sind leicht entzündlich! Abfälle mit organischen Lösungsmitteln werden separat in einem Behälter gesammelt.

Dithizon:



Chrom

Literatur: JaBla 4.3.3.8; ChristMey II 9; Ried 5.14; HoWi XXVII 1; Mort 27.12

ACHTUNG! Chrom(VI)-Verbindungen sind stark toxisch und kanzerogen! Sie werden auch durch die Haut resorbiert!



1. Mit etwas Chromsalz wird eine Phosphorsalzperle hergestellt und die beobachtete Farbe wird notiert. **Wichtige Vorprobe zum Nachweis von Chrom!**
2. Man löst etwas Chromalaun ($\text{KCr}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12 \text{H}_2\text{O}$) in kaltem Wasser. Die Lösung wird aufgekocht und anschließend zum Abkühlen stehen gelassen. Man notiere die unterschiedlichen Farben der Lösung.
3. Zu etwas Chrom(III)-salz-Lösung wird
 - a) zunächst wenig und dann ein Überschuss Natronlauge gegeben.
 - b) Ammoniak zugesetzt. Die Lösung wird abfiltriert, die Farbe des Filtrates und des Niederschlags notiert und das Filtrat einige Minuten gekocht.
4. Der Niederschlag aus Versuch 3b wird zum Trocknen auf Filterpapier gestrichen und dann zusammen mit einem Gemisch aus etwa gleich viel Kaliumnitrat und Natriumcarbonat auf einer Magnesiarinne einige Zeit geschmolzen. Die Schmelze wird anschließend in Wasser gelöst. **Oxidationsschmelze! Nachweis für Chrom!**
5. Zu einer Chromalaun-Lösung wird etwas Hydrogenperoxid zugesetzt und dann erwärmt.
6. Zu etwas Kaliumchromat-Lösung wird
 - a) verdünnte Schwefelsäure gegeben. Anschließend gibt man Natronlauge zu. Die beobachteten Farben werden notiert. **Warum ändert sich die Farbe?**
 - b) etwas Bleiacetat-Lösung zugesetzt. Man versucht, jeweils einen Teil des Niederschlags in Essigsäure, Salpetersäure und Natronlauge zu lösen.
 - c) Silbernitrat-Lösung zugesetzt. Anschließend gibt man Salzsäure zu und notiert die beobachteten Farben. **Nachweis für Chrom!**
7. Zu einem Tropfen Kaliumchromat-Lösung werden wenige Tropfen verdünnte Schwefelsäure und wenig Hydrogenperoxid-Lösung zugesetzt. Die Lösung wird sofort mit etwas Diethylether ausgeschüttelt. **Nachweis für Chrom! Warum verblasst die Farbe nach einer Weile wieder?**

ACHTUNG! Mischungen von Peroxiden und Ether können zu Verpuffungen führen! VORSICHT! Organische Lösungsmittel und deren Dämpfe sind leicht entzündlich! Abfälle mit organischen Lösungsmitteln werden separat in einem Behälter gesammelt.

8. Etwas festes Kaliumdichromat wird mit der gleichen Menge Kaliumchlorid gemischt und die Mischung in einem Reagenzglas mit Gaseinleitungsrohr (siehe „Chlor und Hydrogenchlorid“ Versuch 4) mit etwas konzentrierter Schwefelsäure erhitzt. Die entstehenden Gas werden in ein Reagenzglas geleitet, in das etwas Natronlauge gefüllt wurde. (**ACHTUNG! Das Gaseinleitungsrohr darf dabei nicht in die Natronlauge eintauchen!**) Die Natronlauge wird anschließend mit verdünnter Schwefelsäure und Hydrogenperoxid (vgl. Versuch 7) versetzt. **Nachweis für Chrom!**
9. Etwas Kaliumdichromat wird mit konzentrierter Salzsäure gekocht.
10. Zu einer mit verdünnter Schwefelsäure angesäuerten Kaliumdichromat-Lösung wird Natriumsulfid-Lösung zugesetzt.
11. Zu etwas Kaliumdichromat-Lösung wird reichlich schweflige Säure gegeben.
12. Etwas festes Kaliumdichromat wird mit konzentrierter Schwefelsäure erwärmt. An die Öffnung des Reagenzglases wird ein glimmender Holzspan gehalten.
13. Zu etwas Kaliumdichromat-Lösung wird etwa die gleiche Menge Ethanol und verdünnte Schwefelsäure zugegeben. Die Mischung wird erwärmt.

Mangan

Literatur: JaBla 4.3.3.3; ChristMey II 10; Ried 5.15; HoWi XXVIII 1; Mort 27.12

1. Etwas Mangan(II)-salz-Lösung wird mit Natronlauge versetzt. Der Niederschlag wird einige Zeit stehen gelassen und die Farbe beobachtet.
2. Etwas Mangan(II)-salz-Lösung wird zunächst mit wenig Ammoniak versetzt. Zu einem Teil des Niederschlags wird ein Überschuss Ammoniak zu dem anderen Teil Ammoniumchlorid-Lösung gegeben.
3. Etwas Mangan(II)-salz-Lösung wird mit
 - a) Ammoniumsulfid-Lösung
 - b) Hydrogensulfid-Lösungversetzt.
4. Auf der Magnesiarinne wird etwas Braunstein mit der vierfachen Menge eines Gemisches von etwa gleich viel Natriumcarbonat und Kaliumnitrat geschmolzen (siehe „Chrom“ Versuch 4). Die Schmelze wird in wenig kaltem Wasser gelöst. Dann wird die Lösung mit Essigsäure angesäuert. **Oxidationsschmelze! Nachweis für Mangan!**
5. Eine Mischung aus etwas festem Bleidioxid und einigen Tropfen Mangan(II)-sulfat-Lösung mit einigen Millilitern verdünnter Salpetersäure, die mit einigen Tropfen konzentrierter Salpetersäure versetzt wurde, wird wenige Minuten aufgekocht. Man wartet bis sich das Ungelöste abgesetzt hat und beobachtet die Farbe der Lösung. **Nachweis für Mangan! Die Anwesenheit von Chloriden stört!**
6. Eine verdünnte Kaliumpermanganat-Lösung wird mit einigen Tropfen verdünnter Natronlauge versetzt. Anschließend wird ein Tropfen (!) verdünnte Ammoniumsulfid-Lösung zugesetzt. Dann wird mehr Ammoniumsulfid-Lösung zugesetzt.
7. Etwas Kaliumpermanganat-Lösung wird mit einigen Tropfen Natronlauge und dann mit etwas Ethanol gemischt und dann erhitzt.
8. Zu etwas alkalischer Kaliumpermanganat-Lösung wird Mangan(II)-salz-Lösung zugetropft.
9. Zu einer verdünnten Kaliumpermanganat-Lösung wird verdünnte Schwefelsäure (!!) und Eisen(II)-sulfat-Lösung zugesetzt.
ACHTUNG! Keinesfalls konzentrierte Schwefelsäure verwenden, da dies zu explosionsartigen Verpuffungen führen kann.
10. Eine verdünnte Kaliumpermanganat-Lösung wird mit schwefliger Säure versetzt.
11. Etwas verdünnte Kaliumpermanganat-Lösung wird mit einigen Tropfen Oxalsäure-Lösung und etwas konzentrierter Schwefelsäure versetzt.

Aufschließen

Literatur: JaBla 5.3

Aufschlüsse werden verwendet, um Stoffe, die weder durch Einwirkung von wässrigen Lösungen noch durch Säuren oder Laugen jeglicher Konzentration in Lösung gebracht werden können, in lösliche Verbindungen umzusetzen. Ein Aufschluss war nur dann erfolgreich, wenn hinterher die gesamte Aufschlussmasse gelöst werden kann.

Die Versuche werden jeweils in Gruppen durchgeführt!

1. Eine Spatelspitze gepulvertes Eisen(III)-oxid wird mit der fünffachen Menge Kaliumhydrogensulfat ($2\text{KHSO}_4 \xrightarrow{\Delta} \text{H}_2\text{O} + \text{K}_2\text{S}_2\text{O}_7$) im Porzellantiegel über mehrere Stunden geschmolzen. Nach dem Erkalten wird die Schmelze in einem Becherglas mit etwas Wasser und verdünnter Schwefelsäure gelöst. Zu der Lösung wird Ammoniak-Lösung zugesetzt. **Saurer Aufschluss!**
2. Zu einer Bariumchlorid-Lösung wird Schwefelsäure zugesetzt. Das ausfallende Bariumsulfat wird gewaschen und auf einem Filterpapier getrocknet. Dann mischt man den Niederschlag mit der dreifachen Menge eines Gemisches aus Kaliumcarbonat und wasserfreiem Natriumcarbonat und schmilzt das Gemisch im Porzellan- oder Nickeltiegel. Der Schmelzkuchen wird durch Auskochen des Tiegels in Wasser gelöst. Das Ungelöste wird abfiltriert und ordentlich gewaschen, bis das Waschwasser auf Zugabe von einigen Tropfen Bariumchlorid-Lösung keine Trübung mehr ergibt. Der Niederschlag kann dann in Salzsäure gelöst werden. (Hier wird ausnahmsweise die Aufschlussmasse in zwei Stufen gelöst, um ein erneutes Ausfallen des Bariumsulfats zu verhindern!) **Soda-Pottasche-Aufschluss!**
3. Etwas Zinndioxid wird mit der sechsfachen Menge eines Gemisches auf gleichen Teilen Schwefel und Natriumcarbonat in einem Porzellantiegel geschmolzen. Der Schmelzkuchen wird in Wasser gelöst. **Freiberger Aufschluss!**

Silber

Literatur: JaBla 4.3.6; ChristMey II 13; Ried 5.8.7; HoWi XXII 2; Mort 27.12

Da Silberverbindungen teuer sind, bemühe man sich hier besonders, im Mikromaßstab zu arbeiten!

1. Zu etwas Silbernitrat-Lösung gibt man verdünnte Salzsäure. Der Niederschlag wird abfiltriert und das Filtrat durch Zugabe von verdünnter Salzsäure auf Vollständigkeit der Fällung geprüft. Gegebenenfalls filtriert man erneut.
Unspezifischer Nachweis für Silber!
2. Ein Teil des Niederschlags aus Versuch 1 wird in einer Abdampfschale mit etwas verdünnter Salzsäure übergossen. Dann fügt man eine Zinkgranalie hinzu.
3. Der Rest des Niederschlags aus Versuch 1 wird auf einem Filterpapier getrocknet und dann, mit der doppelten Gewichtsmenge Soda gemischt, auf eine Magnesiumrinne gebracht. Das Gemisch wird in der Bunsenbrennerflamme stark erhitzt.
4. Zu wenig Silbernitrat-Lösung gibt man:
 - a) Natronlauge
 - b) Natriumcarbonat
 - c) zunächst sehr wenig verdünnte Ammoniak-Lösung und anschließend einen Überschuss Ammoniak-Lösung
 - d) Natriumsulfid
 - e) verdünnte Salzsäure und anschließend Ammoniak-Lösung
Spezifischer Nachweis für Silber!
 - f) konzentrierte Salzsäure
 - g) Kaliumbromid-Lösung und anschließend Ammoniak-Lösung
 - h) Natriumiodid-Lösung und anschließend Ammoniak-Lösung
 - i) wenig Kaliumcyanid-Lösung und anschließend einen Überschuss Kaliumcyanid-Lösung.

ACHTUNG! Cyanide sind sehr giftig, sie dürfen auf keinen Fall in den Ausguss gelangen! Mit Säuren bildet sich Blausäure! Die Versuche sind auf jeden Fall unter dem Abzug durchzuführen! Die Abfälle werden separat in einem Becherglas gesammelt und mit Eisensulfat komplexiert! AssistentInnen fragen!!



- j) wenig Natriumthiosulfat und anschließend zu einem Teil einen Überschuss Natriumthiosulfat. Der andere Teil des Niederschlags wird etwas stehen gelassen.

Komplexverbindungen und Doppelsalze

Literatur: JaBla 1.11; ChristMey I 16; Ried 5.4; HoWi XX; Mort 28

1. Zu Kaliumhexacyanoferrat(II)-Lösung gibt man
 - a) Perchlorsäure
 - b) Natronlauge
2. Zu Kaliumalaun-Lösung ($\text{KAl}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12 \text{H}_2\text{O}$) gibt man etwas
 - a) Perchlorsäure
 - b) Ammoniak-Lösung
 - c) Bariumchlorid-Lösung
3. Eine ammoniakalische Silbersalz-Lösung wird mit wässrigen Lösungen von
 - a) Natriumchlorid
 - b) Kaliumiodid
 - c) Ammoniumsulfidversetzt.

Kupfer

Literatur: JaBla 4.3.4.4; ChristMey II 13; Ried 5.8.6; HoWi XXII 1; Mort 27.12

1. Die Flammenfärbung von Kupfer wird anhand einer Probe Kupferchlorid und einer Probe Kupfernitrat geprüft.
2. Etwas Phosphorsalz ($\text{NaNH}_4\text{HPO}_4 \cdot 4 \text{H}_2\text{O}$) wird an ein Magnesiastäbchen gebracht und eine Phosphorsalzperle hergestellt. Dann bringt man etwas Kupfersalz an die Perle und glüht in der Oxidationsflamme (äußerer Rand des äußeren Kegels der Bunsenbrennerflamme). Anschließend wird eine Zinngranalie an die Perle gebracht und erneut geglüht, diesmal in der Reduktionsflamme (innerer Kegel der Bunsenbrennerflamme).
3. Etwas Kupfer(II)-salz-Lösung versetzt man mit
 - a) Natriumhydroxid, dann kocht man auf.
 - b) Ammoniak; erst wenig, dann im Überschuss. **Nachweis für Kupfer!**
 - c) Natriumsulfid-Lösung
 - d) Kaliumhexacyanoferrat(II)-Lösung
4. Zu etwas Kupfer(II)-salz-Lösung wird Kaliumiodid-Lösung gegeben. Anschließend wird etwas Schweflige Säure zugesetzt.
5. In einem Reagenzglas wird eine stark salzsaure Lösung von Kupfer(II)-chlorid oder -sulfat mit etwas Kupferpulver versetzt und kurz aufgeköcht. Die Lösung wird vom Kupferpulver abgegossen und mit viel Wasser verdünnt. Der Niederschlag wird abfiltriert und an der Luft stehen gelassen.
6. Kupfer(II)-sulfat-Lösung wird mit Kaliumthiocyanat-Lösung versetzt. Anschließend wird Schweflige Säure zugesetzt.
7. Zu Kupfer(II)-salz-Lösung wird tropfenweise Kaliumcyanid-Lösung zugesetzt. Man erwärme leicht. Anschließend wird ein Überschuss Kaliumcyanid-Lösung zugesetzt.


ACHTUNG! Cyanide sind sehr giftig, sie dürfen auf keinen Fall in den Ausguss gelangen! Mit Säuren bildet sich Blausäure! Die Versuche sind auf jeden Fall unter dem Abzug durchzuführen! Die Abfälle werden separat in einem Becherglas gesammelt und mit Eisensulfat komplexiert! AssistentInnen fragen!!



8. Zu einigen Tropfen Kupfer(II)-sulfat-Lösung gibt man etwa den doppelten Raumteil einer konzentrierten Weinsäure-Lösung und dann konzentrierte Natronlauge, bis eine tiefblaue Lösung entsteht. Diese Lösung führt den Namen Fehlingsche Lösung. Zu einer Probe Fehlingscher Lösung wird wenig Glucose gegeben und die Mischung erwärmt. **Wird in der physiologischen Chemie als Nachweis für Zucker im Harn usw. benutzt.**

Oxidations-Reduktions-Potentiale

Literatur: JaBla 1.9; ChristMey I 15; Ried 3.8; HoWi VII 2; Mort 20

1. Ein Eisennagel (**bitte mitbringen**) wird im Reagenzglas in wenig Kupfer(II)-sulfat-Lösung getaucht.
2. Eine Zinkgranalie wird in einem Reagenzglas mit wenig Zinn(II)-chlorid-Lösung versetzt.
3. Auf einem Stück Aluminiumfolie (**bitte mitbringen**) wird ein Tropfen Quecksilber(II)-salz-Lösung mit einem Stück Papier verrieben. (**VORSICHT! Die Quecksilber-Verbindung darf nicht auf die Haut gelangen! Handschuhe anziehen!**) Die Folie wird in eine Porzellanschale gelegt, auf deren Boden sich so wenig Wasser befindet, dass die amalgamierte Folie nicht benetzt wird, und mit einem Uhrglas abgedeckt. Die Schale wird, gegebenenfalls über Nacht, stehen gelassen. 
4. Versuch 2 wird wiederholt, wobei zu der Zinn(II)-chlorid-Lösung etwas konzentrierte Salzsäure gegeben wird. Nach einer Weile wird die Zinkgranalie aus der Lösung entfernt. Das anhaftende Metall wird in die Lösung zurückgeführt.
5. Ein Eisennagel wird in eine mit konzentrierter Salzsäure angesäuerte Zinn(II)-chlorid-Lösung gelegt.

Cadmium

Literatur: JaBla 4.3.4.5; ChristMey II 14; Ried 5.9; HoWi XXIII 1; Mort 27.12

ACHTUNG! Alle Cadmiumverbindungen sind sehr giftig!



1. Zu etwas Cadmiumsalz-Lösung wird Natronlauge zugesetzt. Dann gibt man einen Überschuss Natronlauge zu.
2. Zu etwas Cadmiumsalz-Lösung wird Ammoniak-Lösung zugesetzt. Dann gibt man einen Überschuss Ammoniak-Lösung hinzu.
3. Zu einer Cadmiumsalz-Lösung gibt man Natriumsulfid-Lösung. Der Niederschlag wird abfiltriert, und es wird versucht ihn mit
 - a) verdünnter Salzsäure
 - b) konzentrierter Salzsäurezu lösen.
4. In ein Glühröhrchen wird ein Gemisch aus einer Cadmiumverbindung und elementarem Schwefel gefüllt und vorsichtig erwärmt. Der überschüssige Schwefel entweicht, zurück bleibt eine Verbindung, die in der Hitze rot und im Kalten gelb ist. **Nachweis für Cadmium!**

Quecksilber

Literatur: JaBla 4.3.4.1; ChristMey II 14; Ried 5.9; HoWi XXIII 1; Mort 27.12

ACHTUNG! Elementares Quecksilber und seine Verbindungen sind sehr giftig!



1. Etwas Quecksilber(II)-oxid wird mit wenig verdünnter Salpetersäure übergossen, die Mischung wird kurz aufgekocht und dann abfiltriert.
2. Zu der Lösung aus Versuch 1 gibt man
 - a) zunächst sehr wenig und dann mehr Natronlauge.
 - b) Ammoniak-Lösung.
 - c) wenig Natriumiodid-Lösung und dann einen Überschuss Natriumiodid-Lösung. Zu einem Teil der entstehenden Lösung wird Natronlauge, zu einem anderen Ammoniumsulfid-Lösung gegeben.
 - d) zunächst wenig und dann einen Überschuss Natriumsulfid-Lösung
3. Der Niederschlag aus Versuch 2d wird abdekantiert, gewaschen und ein Teil wird
 - a) mit halbkonzentrierter Salpetersäure
 - b) mit einem 3 : 1-Gemisch aus Salz- und Salpetersäure (= Königswasser) erwärmt.
4. Zu einer Quecksilber(II)-chlorid-Lösung wird zunächst wenig und dann ein Überschuss Zinn(II)-chlorid-Lösung zugesetzt. Die Lösung wird abgegossen, und der Niederschlag wird mit etwas verdünnter Salzsäure aufgekocht.
5. Zu wenig Quecksilber(I)-nitrat-Lösung wird etwas Salzsäure gegeben.
6. Eine kleine Menge des Niederschlags aus Versuch 5 wird mit einem Tropfen Salpetersäure auf ein 1- oder 2-Cent-Stück gegeben und mit etwas Filterpapier auf die Münze gerieben. Danach erwärmt man die Münze in der Bunsenbrennerflamme (**Abzug!**). **Pfennigprobe! Nachweis für Quecksilber!**
7. Zu Quecksilber(I)-nitrat-Lösung wird Ammoniak zugesetzt. **Nachweis für Quecksilber(I)!**
8. Zu etwas Quecksilber(I)-nitrat-Lösung wird zunächst wenig Natriumiodid-Lösung zugesetzt. Die Mischung wird erwärmt und dann mit einem Überschuss Natriumiodid-Lösung versetzt.

Zinn

Literatur: JaBla 4.3.4.9; ChristMey II 16; Ried 4.7; HoWi XV 4; Mort 27.11

1. Eine Zinngranalie wird in wenig konzentrierter Salzsäure gelöst, die Lösung wird verdünnt, filtriert und
 - a) zunächst mit wenig, dann mit einem Überschuss Natronlauge versetzt.
 - b) zunächst mit wenig, dann mit einem Überschuss Ammoniak versetzt.
2. Etwas salzsaure Lösung aus Versuch 1 wird mit Natriumsulfid-Lösung versetzt. Man versucht den Niederschlag in
 - a) farbloser Ammoniumsulfid-Lösung zu lösen.
 - b) gelber Ammoniumpolysulfid-Lösung zu lösen. Anschließend wird die Lösung angesäuert.
3. Zu etwas salzsaure Lösung aus Versuch 1 wird Bromwasser (**ACHTUNG! Elementares Brom führt zu schmerzhaften Wunden auf der Haut!**) zugetropft, bis die gelbe Farbe eben bestehen bleibt. Dann tropft man solange Zinn(II)-chlorid-Lösung zu, bis die gelbe Farbe wieder verschwindet. Ein Teil der Lösung wird
 - a) verdünnt und aufgekocht.
 - b) mit wenig konzentrierter Schwefelsäure versetzt.
 - c) mit zunächst wenig und dann einem Überschuss Natronlauge versetzt.
 - d) mit Natriumsulfid-Lösung versetzt. Man versucht einen Teil des Niederschlags analog Versuch 2 in farbloser bzw. gelber Ammoniumsulfid-Lösung zu lösen. Danach säuert man die Lösung wieder an.
 - e) mit Eisenpulver versetzt und gegebenenfalls etwas erwärmt. Die so erhaltene Lösung wird abfiltriert und das Filtrat mit etwas Quecksilber(II)-chlorid-Lösung versetzt. ☠
4. Eine Zinngranalie wird mit konzentrierter Salpetersäure übergossen. Man versucht, einen Teil des Niederschlags in Natronlauge bzw. Salzsäure zu lösen. **Wie kann man den Niederschlag wieder in Lösung bringen? Drei Möglichkeiten!**
5. Zu einer festen Zinnverbindung gibt man im Porzellantiegel eine Zinngranalie und einige Milliliter konzentrierte Salzsäure. In diese Lösung taucht man ein Reagenzglas, das mit Eis und wenig Kaliumpermanganat-Lösung gefüllt ist. Das von außen benetzte Reagenzglas wird nun in die Bunsenbrennerflamme gehalten. Es entsteht eine blaue Fluoreszenz. **Leuchtprobe! Nachweis für Zinn!**

Kolloide Lösungen

Literatur: JaBla 1.12; HoWi XV 2.6.3

1. Eine Kupfersulfat-Lösung wird sehr stark verdünnt und auf zwei Reagenzgläser verteilt. Zu der einen Probe wird reichlich konzentrierte Salzsäure zugesetzt und beide Lösungen werden dann mit Natriumsulfid-Lösung versetzt. Zur Beschleunigung der Reaktion kann etwas erwärmt werden. Passiert bei beiden Lösungen das gleiche, muss diese Lösung noch mehr verdünnt werden!
Erklären Sie die unterschiedlichen Reaktionen!
2. Etwas Eisen(III)-chlorid-Lösung wird mit Wasser so stark verdünnt, dass sie fast farblos erscheint. Ein Teil der Lösung wird
 - a) mit Kaliumthiocyanat-Lösung versetzt.
 - b) aufgekocht und anschließend mit Kaliumthiocyanat-Lösung versetzt.

Erklären Sie die unterschiedlichen Reaktionen!

Blei

Literatur: JaBla 4.3.4.2; ChristMey II 16; Ried 4.7; HoWi XV 5; Mort 27.11

ACHTUNG! Alle Bleiverbindungen sind giftig! Schon bei täglicher Zuführung von 1-2 mg Bleiverbindungen treten chronische Vergiftungen auf!



1. Etwas Blei(II)-salz-Lösung wird
 - a) zunächst mit wenig dann mit einem Überschuss Natronlauge versetzt.
 - b) mit Salzsäure versetzt. Der Niederschlag wird mit heißem Wasser gelöst, eventuell Ungelöstes wird abfiltriert. Dann lässt man die Lösung langsam abkühlen. **Nachweis für Blei!**
 - c) mit Natriumiodid-Lösung versetzt. Die Lösung wird erhitzt, bis sich der Niederschlag aufgelöst hat und dann langsam abgekühlt. **Nachweis für Blei!**
 - d) mit Kaliumchromat-Lösung versetzt. **Nachweis für Blei!**
 - e) mit Natriumsulfid-Lösung versetzt.
2. Eine Probe Bleiacetat-Lösung wird mit
 - a) Bromwasser versetzt.
 - b) einer Zinkgranalie versetzt.
3. Etwas Mennige (Pb_3O_4) wird mit Salpetersäure übergossen und gegebenenfalls etwas erwärmt. Man filtriert die Lösung ab und versetzt das Filtrat mit Natriumiodid-Lösung (vgl. Versuch 1c).

Arsen

Literatur: JaBla 4.3.4.7; ChristMey II 17; Ried 4.6; HoWi XIV 3; Mort 25

ACHTUNG! Arsen-Verbindungen, besonders in der Oxidationsstufe +III, sind starke Gifte. Arsen(V) wird im Körper zu Arsen(III) reduziert. Insbesondere bei Arbeiten mit Arsan (AsH_3) und anderen flüchtigen Arsen-Verbindungen ist besondere Vorsicht geboten. (Abzug!!!) Arsen und seine Verbindungen wirken Krebs erzeugend.



1. Etwas Arsen(III)-oxid wird in eine Zinn(II)-chlorid-Lösung gegeben, mit konzentrierter Salzsäure angesäuert und leicht erwärmt. **Bettendorfsche Arsenprobe!**
2. Etwas Arsen(III)-oxid wird einige Minuten lang mit Wasser gekocht. Die Lösung wird abdekantiert und
 - a) mit Natriumsulfid-Lösung versetzt. Anschließend gibt man etwas Salzsäure zu (Zerstörung der kolloiden Lösung) und versucht einen Teil des Niederschlags in farbloser Ammoniumsulfid-Lösung, einen anderen Teil in gelber Ammoniumpolysulfid-Lösung zu lösen.
 - b) mit Silbernitrat-Lösung versetzt. Dann gibt man einen Tropfen Ammoniak-Lösung zu. Anschließend wird ein Überschuss Ammoniak-Lösung zugesetzt.
 - c) mit wenig Natriumhydrogencarbonat-Pulver und einigen Tropfen Iod-Lösung ($KI \cdot I_2$) versetzt. Anschließend gibt man reichlich konzentrierte Salzsäure zu.
Vorsicht wegen des durch Kohlendioxid-Entwicklung auftretenden Schäumens!
3. Etwas Arsen(III)-oxid wird im Glühröhrchen mit wenig Natriumacetat stark erhitzt. **Kakodylreaktion!**
ACHTUNG! Auf jedem Fall unter dem Abzug durchführen!
4. Etwas Arsen(III)-oxid wird mit konzentrierter Salpetersäure übergossen und aufgeköcht. Dann wird die Lösung unter dem **Abzug** in einer Porzellanschale fast bis zur Trockne eingedampft. Der Rückstand wird mit Wasser gelöst und
 - a) die Lösung wird mit Salzsäure stark angesäuert. Dann wird Natriumsulfid-Lösung zugesetzt. Man versucht, den Niederschlag in Ammoniumsulfid-Lösung zu lösen.
 - b) die Lösung wird mit dem mehrfachen Volumen einer Ammoniummolybdat-Lösung versetzt. Dann wird die Lösung schwach erwärmt.
 - c) die Lösung wird mit Silbernitrat-Lösung versetzt. Dann wird tropfenweise Ammoniak-Lösung zugesetzt.

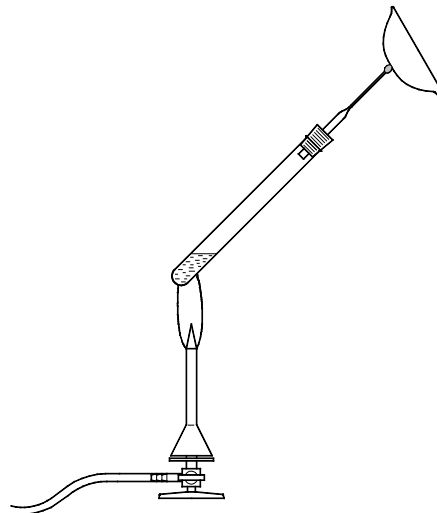
d) die Lösung wird zunächst mit Ammoniumchlorid- und Ammoniak-Lösung versetzt. Dann gibt man etwas Magnesiumsalz-Lösung zu. Die Fällung wird etwa eine Viertelstunde stehen gelassen. Dann wird abfiltriert und der Niederschlag so lange mit Wasser auf dem Filter gewaschen, bis das ablaufende Waschwasser auf Zusatz von verdünnter Salpetersäure und Silbernitrat-Lösung keine Trübung mehr gibt. Dann wird eine Probe des Niederschlags mit einem Tropfen neutraler Silbernitrat-Lösung befeuchtet.
Unterscheidung zu Magnesiumammoniumphosphat durch die Farbe des Niederschlags!

5. **Versuch auf jedem Fall unter dem Abzug durchführen!** ☠

In ein großes Reagenzglas werden 1-2 Zinkgranalien, etwas festes Kupfer(II)-sulfat und Arsen(III)-oxid gegeben. Nach Zugabe von 2-3 ml konzentrierter Salzsäure wird das Reagenzglas mit Hilfe eines durchbohrten Stopfens mit Pasteurpipette verschlossen. Die Pasteurpipette muss eventuell gekürzt werden. Gegebenenfalls wird das Reaktionsgemisch erwärmt, bis die Gasentwicklung im Gange ist. Man wartet kurz, bis die Luft aus dem Reagenzglas entwichen ist. Dann wird das entweichende Gas mit Hilfe eines Feuerzeugs oder des Bunsenbrenners angezündet (**Dabei ist darauf zu achten, dass die Spitze nicht zuschmilzt!**).

ACHTUNG! Das entstehende Arsan (AsH_3) ist hochgiftig! Falls noch Luft (= Sauerstoff) im Reagenzglas ist, kann es zu einer Verpuffung kommen! Als Folge dessen oder weil man die Spitze der Pasteurpipette zugeschmolzen hat, fliegt im Allgemeinen der Stopfen samt Pipette vom Reagenzglas. Deshalb immer die Spitze in den Abzug hineinhalten, niemals aus dem Abzug hinaus!

Das entweichende Gas sollte mit fahlblauer Flamme brennen. In diese Flamme wird nun eine kalte, trockene Porzellanschale gehalten, wobei die Gasentwicklung durch vorsichtige Wärmezufuhr in Gang gehalten wird.



Auf der Porzellanschale sollte sich ein schwarzer, metallisch glänzender Spiegel bilden. Einen Teil dieses Spiegels wird mit Ammoniumpolysulfid-Lösung, ein anderer mit Natriumhypochlorit-Lösung (siehe „Chlor und Hydrogenchlorid“ Versuch 4) betupft. **Marshsche Probe! Nachweis für Arsen!**

Antimon

Literatur: JaBla 4.3.4.8; ChristMey II 17; Ried 4.6; HoWi XIV 4; Mort 25

1. In einem Reagenzglas wird etwas Antimon(III)-sulfid („Grauspießglanz“, Sb_2S_3) mit 2 ml konzentrierter Salzsäure erhitzt. (**Abzug!!**) Nach dem Erkalten wird abfiltriert und das Filtrat gekocht. Die Lösung wird vorsichtig tropfenweise mit Wasser verdünnt und
 - a) mit mehr Wasser versetzt. Dann gibt man konzentrierte Salzsäure zu.
 - b) mit wenig Natronlauge versetzt. Dann setzt man einen Überschuss Natronlauge zu.
 - c) mit Natriumsulfid-Lösung versetzt. Einen Teil des Niederschlags versucht man mit farbloser Ammoniumsulfid-Lösung, einen anderen Teil mit gelber Ammoniumpolysulfid-Lösung zu lösen.
2. Die Lösung aus Versuch 1b wird mit einer Diamminsilbersalz-Lösung, versetzt und schwach erwärmt. Die Diamminsilbersalz-Lösung stellt man her, indem man Silbernitrat-Lösung solange mit Ammoniak-Lösung versetzt, bis sich der Niederschlag komplett wieder aufgelöst hat.
3. In einer Abdampfschale wird etwas gepulvertes Antimon mit wenig konzentrierter Salpetersäure übergossen und mit kleiner Flamme erwärmt. Anschließend wird die Salpetersäure verdampft. Der weiße Rückstand wird
 - a) mit wasserfreiem Soda und Salpeter auf einem Porzellantiegeldeckel geschmolzen. Dann versucht man die Schmelze mit Wasser zu lösen.
 - b) mit wenig verdünnter Salzsäure unter Erwärmen gelöst.
4. Die Lösung aus Versuch 3b wird
 - a) mit einigen Millilitern Wasser versetzt und längere Zeit stehen gelassen.
 - b) mit Natriumsulfid-Lösung versetzt. Man versucht den Niederschlag mit farbloser Ammoniumsulfid-Lösung zu lösen.
 - c) stark mit Salzsäure angesäuert. Dann wird Natriumiodid-Lösung zugesetzt und erwärmt. Die Mischung wird mit Dichlormethan ausgeschüttelt.

VORSICHT! Organische Lösungsmittel und deren Dämpfe sind leicht entzündlich! Abfälle mit organischen Lösungsmitteln werden separat in einem Behälter gesammelt.
5. In ein Reagenzglas wird in etwas salzsaure Antimonsalz-Lösung ein Eisennagel gegeben.
6. Man führt die „Marshsche Probe“ (siehe „Arsen“ Versuch 6) mit einer Antimon-anstelle einer Arsen-Verbindung aus. Auch hier wird ein Teil des sich bildende Spiegel mit Ammoniumsulfid- ein anderer Teil mit Natriumhypochlorit-Lösung betupft. **Marshsche Probe! Nachweis für Antimon!**

ACHTUNG! Auch Stiban (SbH_3) ist giftig! Versuch auf jedem Fall unter dem Abzug durchführen!



Bismut

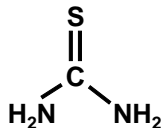
Literatur: JaBla 4.3.4.3; ChristMey II 17; Ried 4.6; HoWi XIV 5; Mort 25

1. Zu einer Bismut(III)-nitrat-Lösung wird
 - a) reichlich kochendes Wasser zugesetzt.
 - b) zunächst wenig Natriumchlorid und dann reichlich Wasser zugesetzt.
 - c) Natronlauge zugegeben.
 - d) Natriumsulfid-Lösung zugegeben.
 - e) zunächst wenig und dann ein Überschuss Kaliumiodid-Lösung zugesetzt.

Nachweis für Bismut!

2. Zu etwas Bismut(III)-nitrat-Lösung wird Natriumstannat(II)-Lösung zugesetzt. Die Stannat(II)-Lösung erhält man, indem man Zinn(II)-salz-Lösung solange mit Natronlauge versetzt, bis sich der zunächst gebildete Niederschlag wieder auflöst. **Nachweis für Bismut!**
3. Ein Tropfen einer verdünnten Mangansulfat-Lösung wird mit etwas konzentrierter Salpetersäure, dem doppelten Volumen Wasser und einer Spatelspitze Natriumbismutat(V) versetzt. Dann schüttelt man die Mischung einige Zeit, verdünnt die Lösung und wartet, bis sich gegebenenfalls ungelöste Bestandteile abgesetzt haben.
4. Ein Tropfen Bismut(III)-nitrat-Lösung wird auf der Tüpfelplatte mit einem Tropfen Salpetersäure und einer Spatelspitze Thioharnstoff versetzt. **Nachweis für Bismut!**

Thioharnstoff:



Nichtmetallverbindungen, Teil II

Hydrogenperoxid

Literatur: JaBla 4.2.3.1; Ried 4.5.4; HoWi XIII 1.5; Mort 24.3

1. Eine mit Schwefelsäure angesäuerte Hydrogenperoxid-Lösung wird tropfenweise mit verdünnter Kaliumpermanganat-Lösung versetzt. **Reduktionswirkung des Hydrogenperoxids!**
2. Etwas Chrom(III)-salz-Lösung wird mit Natronlauge versetzt, bis sich der Niederschlag wieder gelöst hat. Anschließend gibt man Hydrogenperoxid-Lösung zu und erwärmt. **Oxidationswirkung des Hydrogenperoxids!**

Selen und Tellur

Literatur: JaBla 4.2.3.3 und .4; ChristMey II 18; Ried 4.5; HoWi XIII 3 u. 4; Mort 24.6

ACHTUNG! In größeren Mengen sind Selen- und Tellurverbindungen stark toxisch, da sie anstelle von Schwefel in körpereigenen Substanzen eingebaut werden. Gasförmige Selen- und Tellurverbindungen rufen schon in sehr geringen Mengen starke Reizungen der Schleimhäute hervor!



1. Etwas Selen wird mit einem Milliliter konzentrierter Schwefelsäure erwärmt. Nach dem Abkühlen wird die Schwefelsäure vorsichtig in einige Milliliter Wasser gegossen. **Nachweis für Selen!**
2. In einem Glühröhrchen wird etwas Selen mit Soda und Salpeter geschmolzen. Anschließend wird das Glühröhrchen zerschlagen und der Rückstand in Wasser gelöst. Die Lösung wird mit konzentrierter Salzsäure stark angesäuert und einige Zeit gekocht. Dann wird ein Teil der Lösung
 - a) mit schwefliger Säure versetzt und erhitzt.
 - b) mit Natriumsulfid-Lösung versetzt. Der abfiltrierte Niederschlag wird mit farbloser Ammoniumsulfid-Lösung behandelt. Anschließend wird wieder angesäuert.
3. Etwas Tellur wird mit einem Milliliter konzentrierter Schwefelsäure erwärmt. Nach dem Abkühlen wird die Schwefelsäure vorsichtig in einige Milliliter Wasser gegossen. **Nachweis für Tellur!**

Hydrazin, Hydroxylamin

Literatur: JaBla 4.2.4.1; ChristMey II 17; Ried 4.6; HoWi XIV 1; Mort 25


ACHTUNG! Hydrazin ist Krebs erzeugend!



1. Eine ammoniakalische Silbersalz-Lösung wird mit Hydraziniumsalz-Lösung und einem Tropfen Natronlauge versetzt und erwärmt.

Silicium

Literatur: JaBla 4.2.5.2; ChristMey II 16; Ried 4.7; HoWi XV 2; Mort 26

1. Etwas Silicium wird mit Natronlauge erwärmt.
2. Eine Wasserglas-Lösung ($\text{Na}_2\text{O} \cdot x \text{SiO}_2$) wird verdünnt und mit konzentrierter Salzsäure versetzt. Anschließend setzt man Natronlauge zu und erwärmt.
3. Eine sehr verdünnte Wasserglas-Lösung ($\text{Na}_2\text{O} \cdot x \text{SiO}_2$) wird mit Salpetersäure angesäuert. Die klare Lösung wird dann mit dem etwa 2 bis 3-fachen Volumen Ammoniummolybdat-Lösung versetzt. Analog kann man auch das Leitungswasser und das destillierte Wasser auf das Vorhandensein von Silicaten testen. **Nachweis für Silicium!**
4. In einem Bleitiegel wird Siliciumdioxid mit Flussspatpulver (CaF_2) im Verhältnis 3 : 1 gemischt und mit wenig konzentrierter Schwefelsäure versetzt, so dass Boden und Substanz gerade benetzt sind. Der Bleitiegel wird mit einem Bleideckel, in dem sich ein Loch befindet, verschlossen. Auf das Loch wird ein Stück feuchtes schwarzes Papier (*bitte mitbringen*) gelegt. Dann wird der Bleitiegel im Wasserbad (!!) für kurze Zeit schwach erwärmt. (**VORSICHT! Blei schmilzt bei sehr niedrigen Temperaturen. Deshalb den Tiegel niemals direkt erwärmen!**) Ein weißer Fleck auf dem feuchten Papier zeigt das Vorhandensein von Silicium an. **Bleitiegelprobe! Nachweis für Silicium!**
ACHTUNG! Bei der Reaktion bildet sich zum Teil HF! Bei Arbeiten mit Fluorwasserstoff oder seiner wässrigen Lösung, die auch mit dem Trivialnamen Flusssäure bezeichnet wird, ist größte Vorsicht geboten, weil Hydrogenfluorid, auch in Gasform, leicht in die Haut eindringt und kaum heilende Wunden erzeugen kann. 
5. In einem trockenen Reagenzglas wird ein Gemisch von Magnesium-Pulver und Siliciumdioxid erhitzt. (**VORSICHT!**) Nach dem Erkalten wird das Glas zerschlagen und die Stücke des Reaktionsproduktes werden in eine Schale mit konzentrierter Salzsäure geworfen.
ACHTUNG! Versuch auf jedem Fall unter dem Abzug durchführen!

Borsäuren

Literatur: JaBla 4.2.6.1; ChristMey II 15; Ried 4.8; HoWi XVI 1; Mort 26

1. Etwas Borax ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10 \text{H}_2\text{O}$) wird in möglichst wenig heißem Wasser aufgelöst. Die filtrierte Lösung wird mit verdünnter Schwefelsäure angesäuert. Die beim Abkühlen entstehenden Kristalle beobachtet man unter dem Mikroskop.
2. Ein Körnchen Borax wird im Reagenzglas mit etwas Methanol und etwa doppelt soviel konzentrierter Schwefelsäure versetzt. Auf das Reagenzglas wird ein mit einer Pasteurpipette durchbohrter Stopfen aufgesetzt. Die beim Aufkochen der Mischung entweichenden Dämpfe werden angezündet. **Nachweis für Borate!**
3. Man fertigt einige Boraxperlen an, indem man etwas Borax an ein Magnesiastäbchen bringt und schmilzt (vgl. „Phosphorsäure - Saure Salze“ Versuch 6) Dann bringt man an die so hergestellten Perlen sehr wenig der Oxide oder Salze von
 - a) Kupfer
 - b) Kobalt
 - c) Nickel
 - d) Eisen
 - e) Chrom(III)und notiere die Farben.

Borax verhält sich analog zum Phosphorsalz. Die Perlen können als Vorprobe für den Nachweis von Kationen verwendet werden.

Metallverbindungen, Teil II

Seltene Erden

Literatur: JaBla 4.3.3.10; ChristMey II 5; Ried 5.11; HoWi XXXV; Mort 27.13

1. Ein Oxid oder Salz eines beliebigen Seltene-Erd-Elementes wird in Salzsäure gelöst. Zu der Lösung wird
 - a) zunächst wenig und dann ein Überschuss Ammoniak-Lösung zugesetzt.
 - b) Oxalsäure gegeben. **Nachweis für Seltene Erden!**
 - c) Natriumfluorid-Lösung zugesetzt. **Nachweis für Seltene Erden!**

Titan und Zirkonium

Literatur: JaBla 4.3.3.12 u. .13; ChristMey II 7; Ried 5.12; HoWi XXV; Mort 27.12

1. Etwas Titandioxid wird mit der fünffachen Menge Kaliumhydrogensulfat in einem Porzellantiegel etwa 10 Minuten geschmolzen. Der so erhaltene Schmelzkuchen wird in wenig Wasser und einigen Tropfen verdünnter Schwefelsäure gelöst und dann verdünnt. Ein Teil der Lösung wird
 - a) einige Zeit zum Sieden erhitzt.
 - b) mit Hydrogenperoxid-Lösung versetzt. **Nachweis für Titan!**
 - c) mit einer Zinkgranalie versetzt. Sollte nach längerem stehen nichts passieren, werden einige Tropfen konzentrierte Schwefelsäure und gegebenenfalls etwas Titan(IV)-oxidsulfat-Lösung hinzugesetzt.
2. Etwas Zirkonium(IV)-oxidchlorid-Lösung wird mit dem gleichen Volumen konzentrierter Salzsäure und dann mit Phosphorsäure versetzt. **Nachweis für Zirkonium! Außer Zirkonium (und Hafnium) bildet kein anderes Element in stark mineralaurer Lösung auf Zusatz von Phosphat-Ionen eine Fällung!**

Vanadium

Literatur: JaBla 4.3.3.14; ChristMey II 8; Ried 5.13; HoWi XXVI 1; Mort 27.12

1. Etwas Ammoniumvanadat(V) wird unter schwachem Erwärmen in Wasser gelöst und mit verdünnter Schwefelsäure angesäuert. Ein Teil der Lösung wird
 - a) mit etwas Hydrogenperoxid-Lösung versetzt. **Nachweis für Vanadium!**
 - b) mit Schwefliger Säure versetzt. **Nachweis für Vanadium!**
 - c) mit Natriumsulfid-Lösung versetzt. **Nachweis für Vanadium!**
 - d) mit konzentrierter Salzsäure versetzt und erwärmt.
 - e) mit einer Zinkgranale und Säure versetzt.
2. Etwas Ammoniumvanadat(V)-Lösung wird mit Ammoniak- und Ammonium-polysulfid-Lösung versetzt. Danach wird Säure zugegeben.
3. Ein Tropfen verdünnte Ammoniumvanadat(V)-Lösung wird mit konzentrierter Ammoniak-Lösung versetzt. Danach wird Natriumsulfid bis zur Sättigung zugegeben. **Nachweis für Vanadium!**

Molybdän und Wolfram

Literatur: JaBla 4.3.3.16 u. .17; ChristMey II 9; Ried 5.14; HoWi XXVII 2; Mort 27.12

1. Etwas Ammoniummolybdat(VI)-Lösung wird
 - a) tropfenweise mit verdünnte Salzsäure versetzt.
 - b) schwach angesäuert und mit Natriumsulfid-Lösung versetzt. Dann wird Ammoniumsulfid-Lösung und etwas Natronlauge zugegeben. Anschließend säuert man die Lösung wieder an.
 - c) mit verdünnter Salzsäure angesäuert. Dann wird eine Zinkgranalie hinzugegeben. Schließlich gibt man konzentrierte Salzsäure zu und erwärmt. Die Lösung wird mit Ammoniak versetzt. **Nachweis für Molybdän!**
2. Wenige Tropfen Ammoniummolybdat(VI)-Lösung werden mit einigen Millilitern verdünnter Schwefelsäure und etwas konzentrierter Kaliumthiocyanat-Lösung versetzt. Anschließend wird wenig Zinn(II)-chlorid-Lösung zugegeben und mit Diethylether ausgeschüttelt. **Nachweis für Molybdän!**
VORSICHT! Organische Lösungsmittel und deren Dämpfe sind leicht entzündlich! Abfälle mit organischen Lösungsmitteln werden separat in einem Behälter gesammelt.
3. Natriumwolframat(VI)-Lösung wird mit
 - a) Salz- oder Salpetersäure versetzt und anschließend erwärmt.
 - b) Zinn(II)-chlorid-Lösung versetzt und danach angesäuert. **Nachweis für Wolfram!**
 - c) Natriumsulfid-Lösung versetzt.
 - d) Ammoniumsulfid-Lösung versetzt und dann angesäuert.

Thallium

Literatur: JaBla 4.3.4.6; ChristMey II 15; Ried 4.8; HoWi XVI 3; Mort 27.10

ACHTUNG! Leicht lösliche Thalliumverbindungen sind sogar durch die Haut resorbierbar und wirken analog denen des Quecksilbers als starkes Gift! Alle Versuche sind unter dem Abzug durchzuführen!



1. Man prüfe die Flammenfärbung einer beliebigen Thalliumverbindung (**Abzug!!**)
2. Eine schwach saure Thallium(I)-nitrat-Lösung wird mit einem Überschuss von Kaliumiodid-Lösung versetzt. **Nachweis für Thallium(I)!**
3. Etwas Thallium(I)-nitrat-Lösung wird mit verdünnter Salzsäure versetzt. Der Niederschlag wird abfiltriert und mit Bromwasser erwärmt, bis sich das überschüssige Brom verflüchtigt hat. Ein Teil der entstandene Lösung wird
 - a) mit Natronlauge versetzt.
 - b) mit einem Überschuss von Kaliumiodid-Lösung versetzt. **Nachweis für Thallium(III)!**
4. Etwas Thallium(I)-nitrat-Lösung wird mit Kaliumchromat-Lösung versetzt. **Nachweis für Thallium!**