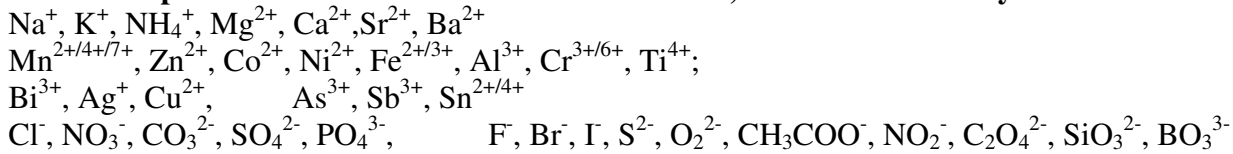


anorganisches Praktikum

Qualitative Analyse

von Bernhard Schnepf

Dieses Skript beinhaltet alle Nachweisreaktionen aller, in der Gesamtanalyse vorkommenden Ionen:



Bemerkung zum Skript:

Das Aufbauprinzip dieses Arbeitsskripts ist der **systematische Gang der Analyse** (von oben nach unten). Zuerst sind die Nachweise der Anionen (aus dem Sodaauszug = SA; Anleitung dazu auch vor den Anionennachweisen), dann die der Kationen aufgeführt. Jeweils **vor** den entsprechenden **Einzelnachweisen** der Kationen habe ich den entsprechenden Teil des Kationentrennungsgangs (kursiv getippt!) gestellt (nötig erst, wenn so viele Kationen drin sind, dass sie sich gegenseitig stören können, lasst Euch also anfangs deswegen nicht irritieren). In der Tabelle sind die drei Spalten rechts für Notizen oder Häkchen bei den Identis (sind ja immer 3) oder den Analysen gedacht (...! drin, oder nicht, oder nicht sicher, etc.). „#“ ist das Zeichen für den Beginn eines anderen Nachweises, „JB“ heißt Jander-Blasius, 14. Auflage; NW = Nachweis; US = Ursubstanz; NS = Niederschlag; ÜS = Überstand; RS oder Rk = Rückstand; Spaspi = Spatelspitze; Rggl, etc. = Reagenzglas; c. oder conc. = konzentriert; Lsg = Lösung; Redmi = Reduktionsmittel; Oxmi ebenso; OT = Objektträger; „+“ = Zugabe von...; usw. Oft schreibe ich z.B. nur etwas wie „+ conc. HCl“. Das heißt dann nicht, dass da ein Liter rein muss, sondern eher ein paar Tropfen... Ich habe selbst nach diesem Skript gearbeitet; sind mir trotzdem Fehler unterlaufen, bitte ich um Entschuldigung, und im Zweifelsfall haben die Bücher recht...

LOS GEHT'S:

Teil der Analysesubstanz gut verreiben, dann (ausgeleerte) Reibschale mit dest. Wasser ausspülen; hier schon beobachten, ob sich alles löst, oder nicht. Wenn nicht, dann **Sodaauszug!** (2 Spaspi. Analysesubstanz + ca. 8 Spaspi. Soda $[\text{Na}_2\text{CO}_3]$ + ca. 20ml Wasser → 10-15 min kochen, filtrieren (alle Kationen außer Natrium und Kalium fallen aus → Rückstand); Filtrat und Waschwasser werden vereinigt → SODAAUSZUG. Zum Nachweis des jeweiligen Anions werden 0,5-1ml SA mit der geeigneten Sre angesäuert (→ Aufschäumen!!) und mit dem entsprechenden Reagenz versetzt!). Alle Anionen, außer CO_3^{2-} und z.T. S^{2-} können im sog. SA nachgewiesen werden, da keine störenden Kationen mehr vorhanden sind. Evtl.: Löst sich die Substanz in HNO_3 !!!

CO_3^{2-}	# ansäuern der Substanz mit HCl, HNO_3 oder H_2SO_4 (alle verd.), Prüfung des Gases mit $\text{Ba}(\text{OH})_2$ -Tropfen an schwarzem Glasstab. # nie mit SA nachweisen!!! #s. JB, S.86ff, S.147			
F^-	# Substanz in Bleitiegel + c. H_2SO_4 ; mit OT bedecken und im Bad erwärmen. Nach einiger Zeit OT abnehmen und Oberfläche betrachten → Ätzprobe (bei großen Fluoridmengen; versagt aber bei Überschuss von $\text{SiO}_2/\text{H}_3\text{BO}_3$ → Wassertropfenprobe! # trockene Substanz + 3fache Menge an Na_2SiO_3 in Bleitiegel, c. H_2SO_4 dazu und schwarzes feuchtes Papier darüber/Wassertropfen an schwarzen Glasstab → weiße Gallerte von SiO_2 (Borsäure und Thiosulfat irritieren...) #s. JB, S130f			
Cl^- , Br^- , I^- ; (Trennung, wenn diese 3 zusammen vermutet werden)	1-2ml Probelösung in Zentrifugenglas + 2-3 Tropfen (bei SA mehr) HNO_3 Dann + AgNO_3 -Lsg., bis kein NS mehr ausfällt (zwischen drin schütteln...), dann zentrifugieren! Den Überstand verwerfen (is ja keins der drei mehr drin!!). NS + H_2O + ca. 5ml conc. $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$, dann zentrifugieren und dekantieren → „ÜS-Cl“ NS + 1/2 conc. NH_3 dann zentrifugieren und dekantieren → „ÜS-Br“ & „RS-I“ ÜS-Cl und ÜS-Br je: + verd. H_2SO_4 ansäuern, die ausfallenden NS abzentrifugieren, Überstände verwerfen! → RS-Cl, RS-Br, RS-I Zu allen der Rückständen: + Zn-Granalien + verd. H_2SO_4 . Die entstandenen Lösungen werden vom Zn dekantiert, mit 1ml Ligroin/Chloroform und 2-3ml Chlorwasser versetzt und mit Gummistopfen kräftig geschüttelt! RS-Cl-Lösung → in Ligroin farblos...?? leicht gelb? RS-Br-Lösung → in Ligroin braun RS-I-Lösung → in Ligroin violett			
Cl^-	# Ansäuern mit verd. HNO_3 + AgNO_3 → weißer, käsiger NS (Br^- und I^- stören... → Spur SA ansäuern, mit Überschuss Silber ausfällen, abfiltrieren, wa-			

	<p>schen, dann + $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$-Lsg. \rightarrow nur AgCl löst sich! dann Nachweis durch ansäuern \rightarrow weißer NS!)</p> <p style="text-align: right;">#s. JB, S.132ff, S.147, S.150</p>			
Br⁻	<p># gewaschenen NS nach Chloridabtrennung + NH_3 \rightarrow Bromid geht mit Silber einen Aminkomplex ein \rightarrow löst sich; ansäuern (=ausfällen von AgBr) + $\text{Zn} + \text{H}_2\text{SO}_4$ \rightarrow leicht lösl. ZnBr_2 entsteht. + Cl_2-Wasser \rightarrow freies elementares Br_2, das sich in Ligroin braun-blaßgelb löst.</p> <p># Einzelnachweis: + frisches Chlorwasser im Überschuss (Überschuss nötig, um Störungen (I und Redmis) zu umgehen) #s. JB, S.150</p>			
I⁻	<p># gewaschenen NS nach Br^--Abtrennung + $\text{Zn} + \text{H}_2\text{SO}_4$... violett im Ligroin</p> <p># Einzelnachweis: + frisches Chlorwasser vorsichtig im Überschuss zugeben, um die Störung durch Redmis zu umgehen...</p>			
S²⁻	<p># + $\text{Zn} + \text{HCl} + \text{CuSO}_4$ hier stören nur Sachen, die wir eigentlich nicht drin haben! #s. JB, S.150</p> <p># 1Spaspi Substanz + c. HCl abdecken mit Uhrenglas, an dem ein Filterpapierstreifen ist, der mit CuSO_4-Lsg. angefeuchtet ist. Versagt aber bei Sulfiden, die in nichtoxidierenden Säuren schwer löslich sind... \rightarrow das vorherige geht am besten!</p> <p># + c. H_2SO_4 \rightarrow H_2S</p>			
SO₄²⁻	<p># ansäuern mit verd. HCl, versetzen mit BaCl_2 \rightarrow weißer, feinkristalliner NS: BaSO_4 #s. JB, S.123ff, S.147</p>			
O₂²⁻	<p># immer aus der Ursubstanz! + 2-3ml verd. H_2SO_4, ca. 30 s schütteln (in der Kälte!!) \rightarrow H_2O_2 entsteht, mit dem dann die Nachweise durchzuführen sind:</p> <ul style="list-style-type: none"> - 2Tr Probelsg + 2Tr H_2SO_4 und 5Tr $\text{TiOSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ \rightarrow Gelbe bis gelb-orange Färbung, da Bildung von $[\text{Ti}(\text{O}_2) \cdot \text{aq}]^{2+}$ durch H_2O_2; gestört von F^-, Br^-, Chromaten... - verdünnte, mit H_2SO_4 angesäuerte $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$-Lsg. mit einigen ml Ether überschichten und stark kühlen. Dann die Probelösung langsam an der Wand des schräg gehaltenen Rggl. einlaufen \rightarrow blauer Ring an der Phasengrenze Ether-Wasser #s. JB, S.83 <p># US + $\text{TiOSO}_4 + \text{H}_2\text{SO}_4$ + Schütteln \rightarrow Gelbe Färbung... (s.o.)</p>			
NO₂⁻	<p># + verd. Sre. \rightarrow braune Dämpfe (NO_2)</p> <p># Probelsg. + 1Tr Sulfanilsre + 1Tr 1-Naphtylaminamin \rightarrow Magentarot-Färbung</p> <p># 1Tr Probelsg. + 1Tr verd. H_2SO_4 + kleines, in verd. H_2SO_4 gewaschenes FeSO_4 Kristall \rightarrow Braunfärbung um das Kristall!</p>			
NO₃⁻	<p># NO_3^- Salzlösung mit verd. H_2SO_4 ansäuern + frische, schwefelsaure, gesättigte FeSO_4-Lösung + vorsichtig mit conc. H_2SO_4 unterschichtet \rightarrow RING</p> <p># z.B. NaNO_3-Lsg. + 1Tr Sulfanilsre. + 1Tr 1-Naphthylaminlsg. + Zn-Granalie \rightarrow Magentarotfärbung (LUNGE) #s. JB, S.106ff, S.147</p>			
PO₄³⁻	<p># + etw. conc. HCl + einige Tr ZrOCl_2 \rightarrow weißer, flockiger NS (bei verdünnten PO_4^{3-}-Lsgn erst nach erhitzen!) [NS = ca. $\text{Zr}_3(\text{PO}_4)_4$] (Zirkoniumphosphat)</p> <p># Ammoniummolybdatlösung + so viel conc. HNO_3, dass NS sich wieder löst! 1ml dieser Lsg. wird i.d. Kälte zu wässrg. Lsg. von PO_4^{3-} gegeben. (evtl. kochen, oder die PO_4^{3-}-Lsg. vorher mit conc. NH_3 [Vorsicht!] versetzen, um die Rkt. zu beschleunigen) \rightarrow gelber NS von Ammoniummolybdophosphat #s. JB, S.109ff, S.147</p>			
CH₃-CO-O⁻ NW aus US!!	<p># 1Spaspi US + 4Spaspi KHSO_4 in Reibschale verreiben \rightarrow Essiggeruch, der aber bei Anwesenheit von Nitrit getarnt wird... (Die Bildung anderer, stark riechender Substanzen wird durch Zugabe von Ag^+ und MoO_4^- eingeschränkt) # s. JB, S.89</p> <p># Acetat in kl. Schälchen + c. H_2SO_4 + Alkohol; verrühren, abdecken mit Uhrenglas und 15min warten \rightarrow angenehmer, obstartiger Geruch, der vom entstandenen Essigsäureethylester herrührt... auch Geruchsstörungen möglich durch andere Ester!</p> <p># wässr. Lsg. von $\text{Fe}(\text{III})$ + 1Sp US \rightarrow blutrot. Nach Erwärmen brauner NS</p>			
C₂O₄²⁻	<p># Probelsg. + Essigsre., mit Na-Ac abgepuffert; + CaCl_2 \rightarrow schwerlösl. CaC_2O_4; + verd. H_2SO_4 \rightarrow Umfällung \rightarrow CaSO_4 und $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ DANN bei KMnO_4-Zugabe (evtl. etwas mehr, wenn andere Redmis vermutet werden!): Entfärbung und CO_2 Freisetzung # s. JB, S.90/151</p> <p># erhitzen mit c. H_2SO_4 + KMnO_4 \rightarrow $\text{CO} + \text{CO}_2$ (brennt blau; $\text{Ba}(\text{OH})_2$-Tropfen-Trübung...)</p>			

	# wenn Reinstoff evtl. H_2SO_4 + Permanganat; Nachw. des entstehenden CO_2 ...			
SiO_3^{2-}	# trockene Substanz + 1/3 der Menge an CaF_2 gut durchmischen und in Bleitiegel, c. H_2SO_4 dazu und schwarzes feuchtes Papier darüber/Wassertropfen an schwarzen Glasstab und in siedendem Wasserbad erwärmt → weiße Gallerte von SiO_2 (Borsäure und Thiosulfat irritieren...) # bei löslichen Silicaten: - Probelösung reichlich und schnell mit Salpetersäure ansäuern und versetze die klare Lösung mit viel Ammoniummolybdatlösung. Unbedingt Blindprobe mit dest. Wasser durchführen! - Probelsg. + ca. 10%iger Ammoniummolybdatslg.; dann unter tropfenweise Zugabe von verd. Essigsäure schwach ansäuern; + so viel Stannat(II)-Lsg, bis klare Lösung. → Dunkelblau, aber nicht lang beständig! Phosphat stört!!			# JB, S.97/152
BO_3^{3-}	# 1 Spaspi in kl. Porzellanschale + c. H_2SO_4 + einige ml Methanol → vorsichtig erwärmen, entzünden der entweichenden Gase → Grüne Flamme (Cu, Ba-Verb. und Iodide können Borat vortäuschen)			# s. JB, S.85/152
OH ⁻	Lackmuspapier wird blau (OH ⁻ Ionen können aber auch erst beim lösen entstehen!!)			
<i>Jetzt kommen die Kationen!</i>				
H ⁺	Lackmuspapier wird strapsrot (s. OH ⁻); natürlich nur, wenn löslich...			
NH_4^+	# <i>Vertreiben</i> von NH_3 durch Erhitzen oder durch Zugaben von Basen → Geruch!! (oder Trübung eines Tropfens conc. HCl, der an einem Glasstab hängt (→ NH_4Cl) & Blaufärbung des Universindpap.)			#JB, S.162f
Ag^+ , Bi^{3+} , Cu^{2+} , As^{3+} , Sb^{3+} , $Sn^{2+/4+}$	Kationentrennungsgang – Lösen der „Schoose“: 1 (gr.) Spatel voll Substanz in 10ml conc. HCl + 3-4ml conc. HNO_3 kochen, bis fast ganz eingedampft; mit 4ml conc. HCl (evtl. mehrmals) kochen, bis keine braunen Dämpfe mehr entweichen, da kein Rest HNO_3 mehr da sein darf, weil Oxmi., das dann evtl. H_2S zu S oxidiert! Auf 5ml eindampfen, + 45-100ml Wasser (→ pH ~ 0), erwärmen und warm abfiltrieren. Rückstände: $AgCl$ (Br ⁻ und I ⁻ bei Königswasser wegoxidiert → Dämpfe violett → Hinweis auf I ⁻ !), $BaSO_4$, $SrSO_4$, SiO_2 , Al_2O_3 , TiO_2 , Cr_2O_3 (grün), $FeCr_2O_4$ (schwarz), SnO_2 , [CaF_2 , Fe_2O_3 , MgO] Rückstände <u>zum Schluss der Analyse</u> wie folgt analysieren: - $AgCl$: + 2 NH_3 → $[Ag(NH_3)_2]^+Cl^-$; bei erneutem Ansäuern fällt weißes $AgCl$ aus (→ NH_4^+) - Erdalkalisulfate mit Blitzen → Flammenfärbung oder Soda/Pottasche-Aufschluss - SiO_2 : Teil des Rückstands in Bleitiegel + F ⁻ + c. H_2SO_4 (Wasserbad, 60°C) → weißer Punkt auf feuchtem schwarzem Filterpapier - Al_2O_3 : Sodapottascheschmelze (→ AlO_2^-) + Auslaugen (→ $Al(OH)_4^-$) + Tropfenweise ansäuern mit HAc → von pH 11-3 fällt $Al(OH)_3$ aus. - TiO_2 : Aufschluss: Spatelspitze Titandioxid + 6fache Menge an $NaHSO_4$ → gut verreiben und auf Magnesiumrinne vorsichtig erhitzen. Nachdem die Gasentwicklung beendet ist, wird die Temperatur bis zur Rotglut gesteigert und bis zur Entstehung einer klaren Schmelze beibehalten. Nach 10min lässt man erkalten und löst den Schmelzkuchen in verd. H_2SO_4 auf. Es darf kein unlöslicher Rk. verbleiben. In der Lösung dann: Lösung + einigen Tropfen conc. H_2SO_4 und etwas H_2O_2 → $Ti(O_2)^{2+}$ (gelborange) störende, maskierende Anionen(F ⁻) vorher entfernen!!! Bei F ⁻ Zugabe: klar!! (Aufschluss auch mit c. H_2SO_4 , kurz erhitzen, abkühlen lassen und vorsichtig mit verd. H_2SO_4 verdünnen, allerdings keine vollst. Umsetzung!!) - Cr_2O_3 : Oxidationsschmelze mit Na_2CO_3 und KNO_3 → gelber Schmelzkuchen, dann evtl. Chromschmetterling... - $FeCr_2O_4$: Oxidationsschmelze (oder Soda-Pottasche dann pulverisieren, lösen in HCl...) - SnO_2 : etw. SnO_2 + 6fache Menge eines Gemischs aus gleichen Gewichtsteilen Schwefel und wasserfreier Soda, innig vermischt und auf Magnesiumrinne geschmolzen. Unter Abzug: auslaugen mit Wasser und dann abzentrifugieren. Zentrifugat mit HCl versetzen, mit dem entstehenden NS (braun-schwarzes SnS_2) wird zum Zinn-Nachweis abgetrennt. - JB, S.237: Aufschlüsse; sonst s. Plakat aus JB			
	<u>H_2S-Gruppe: JB, S.239, S.291</u> (Alle Oxmis müssen entfernt sein: kurz erhitzen + Alk./ SO_2 -Wasser, kochen; i.d.R. nicht nötig!) ⇒ In die Lösung H_2S einleiten (schneller geht's, H_2S-Wasser der handwarmen Lsg hinzuzugeben, aber nur wenig!). Nach Erwärmen und Ausflocken des NS wird zur Kontrolle der vollständigen Fällung etwas (80ml) warmes Wasser zugegeben und nochmals H_2S eingeleitet (oder wieder H_2S -Wasser; das gilt immer, wenn H_2S -einleiten dort steht!). Es fallen aus:			

	<p>Bi₂S₃ (braun), CuS (schwarz), As₂S₃ (gelb), Sb₂S₃ (orange), SnS₂ (braungelb) Niederschläge abfiltrieren und mit warmen Wasser waschen → Filtrat für Ammoniumsulfid-Urotropin-Gruppe aufheben! (um Chaos zu vermeiden: beschriften!!!) In einer Porzellanschale 20-30ml Wasser + 2-3 Plätzchen KOH (→ 30%ige KOH) über Filter gießen → Rk. löst sich teils wieder auf: → AsO_4^{3-}, SbO_4^{3-} und SnO_3^{2-} lösen sich. Die anderen beiden bleiben im Filter, bitte Rk. waschen nicht vergessen! Zur Lösung HCl geben bis sauer (Abzug!!) → As₂S₅, Sb₂S₅, SnS₂ fallen aus (Farben wie oben). Abfiltrieren, Rk + c. HCl → As₂S₅ löst sich nicht, ist gelb! Lösung teilen: a) $[SbCl_6]^- + Fe\text{-Nagel} \rightarrow Sb$ b) $[SnCl_6]^{2-} \rightarrow$ Leuchtprobe (+ Zn-Granalie; ein, halb mit kaltem Wasser gefülltes Rggl. eintauchen und in die Flamme halten → blaue Fluoreszenz) Bi₂S₃ und CuS (noch im Filter) mit halbconc., warmer HNO₃ erhitzen und NS vollständig auflösen, dann + conc./halbconc. NH₃, bis die ganze „Schose“ ammoniakalisch ist (Umschütteln, pH...) → a) $[Cu(NH_3)_4]^{2+}$ BLAU b) Bi(OH)₃ weißer gallertiger NS, evtl. filtrieren, mit conc. HCl durch den Filter waschen und durch Zugabe von $[Sn(OH)_4]$-Lsg Bi ausfällen.</p>			
Ag⁺	<p># mit Halogeniden fällen (außer F⁻)! → in Säuren schwerlösliche Silberhalogenide #JB, S.277 # + Zn-Granalie → metallisches Ag entsteht durch Reduktion! # Phosphorsalzperle in Reduktionsflamme nach erkalten durch ausgeschiedenes Metall grau; keine Flammenfärbung</p>			
As³⁺	<p># Marsh-Probe: in ein Rggl.: Zn-Granalien, halbconc. HCl, Spuren von CuSO₄ und Analysesubstanz; verschlossen mit einfach durchbohrtem Stopfen mit rechtwinklig geogem Glasrohr. → H₂ entsteht (kurz warten, bis O₂ aus Rggl. verdrängt ist!!!), der sich anzünden lässt, brennt bei As fahlblau. An Flamme wird kalte Porzellanschale gehalten → schwarzer Metallspiegel, der sich in kalter, ammoniakalischer H₂O₂-Lösung schnell auflöst. # mit H₂S gelber NS (As₂S₃, bei Arsenat: As₂S₅), schwerlös. in c. HCl, lösl. in heißer c. HNO₃, lösl. in Alkalien, Ammoniak... # AsO_3^{3-}-Lsg. + wenig Iodlsg. ... → allmähliche Entfärbung (As(III) → As(V)) gibt man wieder conc. HCl dazu: Iodfarbe # Bettendorfsche Probe eher nicht, weil recht kompliziert... #JB, S. 262</p>			
Sb³⁺ farblos	<p># mit H₂S: orangeroter NS (Sb₂S₃), lösl. in 7M HCl, in Ammonium- und Alkalisulfiden unter Bildung von Thioantimonit und in Alkalilaugen, beim ansäuern fällt's wieder aus; im Ggsz. zu As₂S₃ nicht wirklich in Ammoniak löslich! # Marsh-Probe: s.o., aber Metallspiegel löst sich hier nicht so schnell!! # Sb-Lsg + ¼ conc. o. conc. HCl + Eisennagel + evtl. Erwärmen → schwarzer NS (Sb⁰), der in HNO₃ gelöst werden kann, + H₂S-Wasser → gelboranger NS: Sb₂O₃ # 1Spaspi in c. HCl lösen, dann + 1ml Thioacetamidlösung + kochen → gelboranger-rotter NS von Antimonsulfid: $2 Sb^{3+} + 3 S^{2-} \rightarrow Sb_2S_3$ # Probelösung + frisch bereitete 5%ige wässrige Lsg von Molybdophosphorsäure (1:1) + schwach erwärmen im Wasserbad → blaue Mo-Verbindung, die mit Amylalkohol ausgeschüttelt werden kann. #JB, S.268</p>			
Sn²⁺	<p># disprop. im alkal. Milieu: Lsg. + conc. NaOH, bis sich NS wieder löst, dann erhitzen → dunkler NS ist Sn(0). # Leuchtprobe (s.u.) auch ohne Zn positiv! # In schwach angesäuerte Probelösung wird Zn-Granalie gegeben: Sn(II) → Sn(0) → silberfarbene Kristalle auf Zn-Granalie & Gasentwicklung # 1Spaspi US, 1ml conc. HCl; + einige Kristalle Ammoniummolybdophosphat + leichtes Erwärmen → Blaufärbung (Bildung von Molybdänblau) Sehr empfindlicher Nachweis, aber auch für Antimon positiv!! # Probelösung (schwach sauer) + einige Tr sehr verdünnte, schwach saure AuCl₃-Lsg. → purpurrote Färbung der Lösung #JB, S.272</p>			
Sn⁴⁺	<p># Leuchtprobe: in ein kl. Becherglas: 5ml halbconc. HCl, Zn-Granalie (red</p>			

	<p>Sn(IV) zu Sn(II) und ganz wenig Analysensubstanz (z.B: SnO₂). In diese Lösung taucht man ein, mit kaltem Wasser gefülltes Rggl., zieht es wieder raus, hält es in die Flamme → blaue Fluoreszenz! Bei Ggw. von As kann dieser sonst so spezifische Nachweis versagen!</p> <p>#Sn(IV) wird in saurer Lösung durch metallisches Eisen zu Sn(II) reduziert (Unterschied zu Antimon, das bis zum Metall reduziert wird!!!)</p>			
<p>Cu²⁺ wasserhaltig: hellblau; wasserfrei: weiß; Acetat: dunkelgrün</p>	<p># Flammenfärbung bei Gegenwart von Halogeniden: grün</p> <p># NaNH₄HPO₄-Perle: Oxflamme: heiß: gelb, kalt: blau; Redflame: heiß: farblos, kalt: rotbraun</p> <p># 1Spaspi US, 1ml Wass., einige Tr HCl; solange Ammoniakwasser (unter Umschütteln und Kühlen) dazu, bis die Lösung die tiefblaue Farbe behält! → Kupfertetraminkomplex ([Cu(NH₃)₄]²⁺). Nickelteraminkomplex ist ähnlich blau!!!</p> <p># 1Spaspi US, 1ml Wass., einige Tr HCl; + 1ml Kaliumhexacyanoferrat(II) (= K₄Fe(CN)₆) → gallertiger, brauner NS: Kupferhexacyanoferrat: Cu₂Fe(CN)₆</p> <p style="text-align: right;">#JB, S.252</p>			
<p>Bi³⁺ farblos</p>	<p># einige ml einer SnCl₂-Lsg + verd. NaOH → alkalisch, bis sich das zunächst ausfallende Sn(OH)₂ als [Sn(OH)₆]⁴⁻ wieder löst. Diese Lsg. zu Bi³⁺-Lsg. → es wird reduziert zu schwarzen Bi, Sn(II) wird dabei zu Sn(IV).</p> <p># 1Spaspi US in 1ml Wasser unter Zutropfen einiger Tropfen HCl gelöst, dann bis zur alkalischen Reaktion unter Kühlung mit NH₃-Wasser vermischt → weißer, gallertiger NS (Bi(OH)₃). Abfiltrieren und waschen; übergießen des Filterrückstands mit 1-2ml frischer Natriumstannitlösung → SCHWARZ:</p> <p>2 Bi(OH)₃ + 3 [Sn(OH)₄]²⁻ → 2Bi ↓ + 3 [Sn(OH)₆]²⁻</p> <p>Herstellung der Stannitlösung (immer frisch!!!): 1ml SnCl₂-Lsg + NaOH, bis sich NS wieder auflöst! Störende Edelmetalle werden durch Reduktion mit NH₂OH*HCl entfernt...</p> <p># Probelösung in der Hitze + Dimethylglyoximlösung + Ammoniak bis zur deutlich alkalischen Reaktion → intensiver, gelber, voluminöser NS; ist Nitat oder Sulfat in der Lösung: vor dem Erhitzen + NaCl. As,Sb, Ni, Co, Fe(II), Mn, größere Mengen Cu und Cd und Tartrat stören!</p> <p># Probelösung + KI → schwarzer NS (= BiI₃); bei Überschuss von KI → orangegelber Komplex: [BiI₄]⁻ ...</p> <p style="text-align: right;">#JB, S. 248!!</p>			
<p>Zn, Al, Ti, Cr, Mn, Fe, Co, Ni,</p>	<p>Ammoniumsulfid-Urotropin-Gruppe: JB, S.154, S. 296 (nach H₂S-Fällung, Filtrat...Filtrat im Abzug kochen, dass H₂S abhaut!!!)</p> <p>- Probe aus Filtrat (ca. 1ml) + H₂O₂ + Wärme => Fe²⁺ → Fe³⁺ + <u>Rhodanit</u>. Wenn dann blutrot, ist Eisen drin. Ist Eisen II drin, muss man alles oxidieren, weil man Eisen III braucht!</p> <p>- Probe aus Filtrat (ca. 1ml) + conc. HNO₃ + Ammoniummolybdat → PO₄³⁻???, wenn ja, dann mit Fe³⁺ ausfällen (darum vorher auf Fe prüfen!!!): → ganzer Topf + H₂O₂ + köcheln... + evtl. noch etw. Fe³⁺-Lsg. (PO₄³⁻ ganz ausfällen!!!)</p> <p>Urotropinfällung bei pH 5-6!!! → Puffersystem nötig: + conc. (NH₄)₂CO₃-Lsg., bis der erste NS, an der Stelle, wo man's rein gibt, bestehen bleibt. (Wenn beim Umrühren nicht wieder weg: mit einem HAUCH verd. HCl wieder auflösen) + 3 gr. Spatel Urotropin + 3min kochen/70-80°C, falls pH ≠ 5-6: nochmals + Urotropin und wieder erwärmen. dann fallen aus: Fe(OH)₃ (braun), Ti(OH)₄ (weiß), Cr(OH)₃ (grün-graue Scheißfarbe), Al(OH)₃ (weiß) Filterinhalt gut und sorgfältig (mit H₂O) waschen, da auf Oberfläche viel mitgefällt wird!!! Filterinhalt dann in Porzellanschale geben, in der sich befinden: 20-30ml H₂O + 3 Plätzchen NaOH + 20-30ml H₂O₂. (alkal. Sturz) a) → CrO₄²⁻ (kitzelel, eindeutig, Nachw. s.u.), [Al(OH)₄] (farblos) → H₂O₂ verkochen, mit conc. HCl neutralisieren, dann mit verd. NH₄OH schwach ammoniakalisch machen, + 1Spa NH₄Cl + 3min kochen. → Al(OH)₃ → Thénards Blau/+Alizarin S b) es lösen sich im alkal. Sturz nicht: Fe(OH)₃ (braun), TiO₂*aq (weiß) filtrieren, Rk. in mgl. wenig heißer conc. HCl lösen, - einen Teil d. Lsg. im Rggl. mit NaOH neutralisieren, bis noch schwach sauer, + NH₄SCN → Fe(SCN)₃ (rot) - einen Teil d. Lsg. im Rggl. + 3Tr conc. H₃PO₄ + 3%ige H₂O₂ zutropfen → Ti(O₂)²⁺ (orange)</p> <p>Ammoniumsulfidgruppe: Filtrat der Urotropinfällung 10min kochen, ammoniakalisch machen (pH=9), NH₄Cl zugeben, erhitzen/erwärmen und H₂S einleiten, filtrieren und zur Kontrolle der vollständigen Fällung nochmals H₂S ins Filtrat einleiten (pH prüfen); es fallen aus: CoS (schwarz), NiS (schwarz), ZnS (weiß), MnS (rosa, bräunlich) Filtrieren, waschen(mit Wasser) und den Rk. in einer Porzellanschale mit verd HAc + Wasser</p>			

	<p>(1:1) behandeln, bis H₂S-Entwicklung beendet (bis saure Rkt.). Filtrat → Mg-Nachweis!!! Mn²⁺ geht in Lösung (im erneuten Filtrat): kochen mit BrO⁻ → MnO₄⁻ (violett), oder MnO₂*aq braune Flocken → abfiltrieren, damit Oxschmelze: MnO₄²⁻ (grün), oder Mn²⁺-Lsg schwach ammon. machen, + NH₄HS → MnS (bräunlich/rosa) CoS, NiS, ZnS im Rk. → filtrieren, waschen, Rk. mehrmals mit wenigen ml 0,5M HCl (+ verd. HCl & Wasser (1:3)) erwärmen, behandeln: Zn²⁺ geht in Lsg + HAc + NaAc, bis pH = 5!!; + H₂S oder NH₄HS → ZnS (weiß) → Nach- weis: Rinmanns Grün Rest mit einigen Tropfen 30%iger H₂O₂ und verd. HAc (oder 3%ig + verd.HAc (1:1) gelinde erwärmen (handwarm) und über Filter laufen lassen), bis alles gelöst, H₂O₂ verkochen und ggf. Schwefel abfiltrieren, einengen...: Ni²⁺ (grün) + Diacetyldioxim bei pH 5-8 → Ni(dmgl)₂ (himbeerrot) Co²⁺ (rosa) + viel NH₄SCN + Amylalk. → Co(SCN)₂ (blau) / + Schuss HCl → blau CoCl₄²⁻</p>			
Fe²⁺ Blau- grün	<p># K₃[Fe(CN)₆] –Lsg. (ca. 1ml) + ca. 1ml Analysenlösung (1Spaspi + H₂O, mit einigen tropfen HCl angesäuert) → intensive Blaufärbung oder intensiv blauer NS: Erlanger / Berliner Blau KFe(II)(Fe(III)(CN)₆) # saure Analysenlösung reagiert mit NH₄SCN eigentlich nicht... (nach H₂S-Zugabe aber schon) #JB, S.196ff</p>			
Fe³⁺ Gelb- braun	<p># K₃[Fe(CN)₆] –Lsg. (ca. 1ml) + ca. 1ml Analysenlösung (1Spaspi + H₂O, mit einigen tropfen HCl angesäuert) → braun gefärbte Lösung # K₄[Fe(CN)₆] –Lsg. + Analysenlösung (s.o.) → intensive Blaufärbung oder intensiv blauer NS: Erlanger / Berliner Blau KFe(III)(Fe(II)(CN)₆) # saure Analysenlösung (1ml, s.o.) reagiert mit 1ml (Rhodanit) NH₄SCN –Lsg. → intensive blutrote Färbung ([Fe(SCN)₆]³⁻) Die Rkt. kann auch auf der Tüp- felplatte oder auf Filterpapier durchgeführt werden. Es können aber einige Ionen störend → störende Anionen (PO₄³⁻, F⁻) mit Ba²⁺ abtrennen o. Fe³⁺ vorher als Fe(OH)₃ auszufällen (JB, S.199)... #JB, S.196ff</p>			
Cr³⁺ Dunkel- grün; in wäss. Lsg. teils grün, teils violett...	<p># Chromschmetterling: kl. Erlenmeyer + 1ml NaOH, 1ml H₂O₂, 1ml H₂O + 1ml Analysenlösung, dann umschütteln → braune Lösung; 1ml dieser Lsg. in ein Rggl. + 1ml verd. H₂SO₄ → BLAU-Färbung (CrO₅), nach dem Umschütteln dann grün. # 1Spaspi Analysensubstanz + 1Spaspi einer Mischung aus gleichen Teilen Na₂CO₃ und KNO₃ feinst verrieben und auf Magnesiumrinne geschmolzen. Die erkaltete Schmelze wird mit einem Tropfen conc HAc behandelt. → gelbes CrO₄²⁻ (Cr(VI)) # Urschmelze + KOH-Plätzchen schmelzen → gelber Schmelzkuchen! # Analysenlösung wird in eine Mischung aus verd. NaOH + H₂O₂ gegossen; die entstandene Lösung auf 3 Rggl. ver- teilt! - erhitzen + verd. HAc + BaCl₂ → BaCrO₄ (gelber NS) - mit Ether übersichten, + verd. H₂SO₄ + Umschütteln → kurz blau („Cr(VIO₅“), dann grün (Cr(OH)₃) - mit H₂SO₄ ansäuern (blau), vorsichtig erwärmt, + NH₃ (neutralisieren) → hellgrüner, gallertiger NS. #JB, S.209ff</p>			
Cr⁶⁺ K ₂ CrO ₄ Gelb; K ₂ Cr ₂ O ₇ Orange; Chrom- ate stark Oxmis	<p># Chromschmetterling: kalte, HNO₃-saure Analysenlösung wird mit 1ml Ether überschichtet, mit H₂O₂ versetzt und geschüttelt → BLAU, das nach einiger Zeit in Grün oder Violett umschlägt. # stark saure Lösungen von Cr(VI) geben mit Diphenylcarbazid (nicht im La- bor) eine vorübergehende Rotviolett-färbung. (Gestört nur von Ionen, die nicht in unserer Analy- se) #JB, S.209ff</p>			
Al³⁺	<p># ca. 1ml HCl-saure Analysensubstanzlösung + 5Tr Alizarin S, dann + NH₃- Lsg. unter Kühlung bis zur Farbänderung vermischt → intensiv roter NS (Al- Farblack), der sich zusammenballt und nach einiger Zeit absetzt!! + verd HAc schwerlöslich, doch die Lösung schlägt um auf Gelb... (Fe, Cr, Ti geben ähnliches) Zum Nachweis von Al: die sre. Lsg. mit möglichst wenig KOH alkal. gemacht, zentrifugiert; 1Tr des Z. auf TP + 1Tr Alizarin S + verd. HAc bis zum Farbumschlag, dann noch einen weiteren Tr. Bildung eines roten NS/Rotfärbung → Al; NS oft erst nach einigem stehen sichtbar. # ca. 1ml Analysenlösung + 1ml HAc + 10Tr Morin → intensiv grün fluoreszierende Komplexverbindung. # Analysenlösung + verd. Ammoniak → Al(OH)₃; der NS wird auf ausgeglüh- ter Magnesiumrinne vorsichtig getrocknet, mit einem Tropfen sehr verdünnter Co(NO₃)₂-Lsg. versetzt und anschl. i.d. Oxflamme geblüht → blaues CoAl₂O₄</p>			

	Nachweis wird durch Zugabe eines NaOH/KOH Plätzchens vor dem Schmelzen erheblich empfindlicher! SiO ₂ , B ₂ O ₃ , P ₂ O ₅ geben ähnliche Rktn., stören also!! #JB, S.204ff			
Ti⁴⁺	# ca. 1ml Analysenlösung + einigen Tropfen conc. H ₂ SO ₄ und etwas H ₂ O ₂ → Ti(O ₂) ²⁺ (gelborange) störende, maskierende Anionen vorher entfernen (Trennungsgang)!!! # 2Ti(IV) + Zn + HCl → (Red.) → 2Ti(III) + Zn ²⁺ ; [Ti(H ₂ O) ₆] ³⁺ rotviolett #JB, S.216ff			
Mn²⁺ rosa	# 1Spspi Analysensubstanz in 1-2ml conc. HNO ₃ lösen, + 2Spaspi PbO ₂ , dann kräftig aufkochen (Oxidationsreaktion!). Nach Absetzen d. überschüss. Bleidioxids und evtl. Wasserzugabe: Violett färbung wegen Permanganationen (MnO ₄ ⁻). Dieser Nachweis verläuft bei <i>Anwesenheit von Cl⁻</i> auf jeden Fall negativ → Cl ⁻ mit AgNO ₃ ausfällen und abfiltrieren, oder Natriumbismutat statt Bleidioxid... (H ₂ O ₂ reduziert Permanganat auch!!) # Analysensubstanz + 3-6fache Menge einer Mischung aus gleichen Teilen Na ₂ CO ₃ und KNO ₃ feinst verrieben und in einer Magnesiumrinne so lange auf Rotglut erhitzt, bis keine Gasentwicklung mehr. Auflösen der erkalteten grünblaugrünen Schmelze in einem Uhrglas in wenig Wasser, ansäuern, indem man einen Tr conc. HAc vom Rand her in die Lösung fließen lässt → Die Grüne Farbe (MnO ₄ ²⁻) schlägt um in Rotviolett (MnO ₄ ⁻); nach einiger Zeit setzt sich ein brauner (MnO ₂) NS ab... #JB, S.187ff, S.191			
Mn⁴⁺	MnO ₂ + HCl → Chlorentwicklung, da starkes Oxmi! Mn(IV) ist braun			
Mn⁷⁺	Mn(VII) ist rotviolett...; MnO ₄ ⁻ -Ion ist intensiv violett; Permanganate sind starke Oxmi! z.B. + FeSO ₄ im alkalischen → MnO ₂ ... (im sauren red zu Mn ²⁺) #JB, S.187ff			
Zn²⁺ Zn ⁰ : NO ₃ ⁻ Nachweis (Lunge) muss voll anschlagen	# Analysensubstanz wird auf ausgeglühter Magnesiumrinne vorsichtig getrocknet, mit einem Tropfen sehr verdünnter Co(NO ₃) ₂ -Lsg. versetzt und anschl. in der Oxflamme geglüht → milchgrünes ZnCo ₂ O ₄ (Rinmanns Grün) # einige ml einer neutralen o. ac-gepufferten Analysenlösung + H ₂ S-Wasser → Identifizierung als Rinmanns Grün! (ZnS ↓) # salzsaure, ac-gepufferte Analysenlösung + K ₄ [Fe(CN) ₆]-Lsg. → allmählich entsteht in der Wärme ein schwerlöslicher, schmutzig weißer NS. Mn (II) muss vorher abgetrennt werden!!! Mit K ₃ [Fe(CN) ₆]: braungelber NS, der in verd. Sren. schwerlös. ist. #JB, S. 192ff			
Ni²⁺ Aq-haltige Salze meist grün, aq freie meist gelb	# ca. 1ml HCl-saure Analysenlösung + ca. 1ml Diacetyldioxim (= Dimethylglyoxim) + einige Tr NH ₃ -Lösung → hellroter, flockiger NS (Nickeldiacetyldioxim); gestört nur durch starke Oxmi. (Nitrate, H ₂ O ₂) oder Fe(II)-Ionen → zunächst mit H ₂ O ₂ kochen → Fe(III); Fe(III) und Co(II) nebeneinander geben rotbraunen NS!!! # Analysensalzlösung + 2-3 Tr NaOH (leichte Trübung) + einige Tr NH ₃ -Lsg (→ klare hellgrünblaue Lsg.) + einige Tr Diacetyldioxim-Lsg → himbeerfarbener Chelatkomplex!! Den Nickelnachweis können stören: starke Oxmi (-> nur rote bis rotorange Lsg). In ammoniakalischer Lsg. liegen Fe(II), Co(II), Fe(III) Cu(II) in irritierenden Farbtönen vor!!! #JB, S.182ff			
Co²⁺	# blaue Phosphorsalzperle: an der Spitze eines Magnesiastäbchens wird etwas NaNH ₄ HPO ₄ *aq zu einer klaren Perle geschmolzen, die nach dem Erkalten etwas angefeuchtet wird. Dann berührt man damit die Analysensubstanz und schmilzt erneut auf (Ox-/Red-Flame) # ca. 1ml essigsäure Analysenlösung + 3-4Spaspi Kaliumnitrit. Beim Umschütteln: gelb(-grüner) NS von Kaliumhexanitrokobaltat (K ₃ [Co(NO ₂) ₆]) # Analysenlsg. in der Kälte mit 2-3Tr NaOH versetzen, vorsichtig erhitzen und verd. NH ₃ zugeben bis der NS wieder weg, neutralisieren mit HAc, dann Zugabe von festem NH ₄ SCN, ausschütteln mit Amylalkohol → BLAU Da Eisen (III) stört: zufügen eines Überschuss an festem NaF → maskiert!!! #JB, S.184ff			
Ca, Sr, Ba	<u>Ammoniumcarbonat-Gruppe:</u> <i>Im Filterrückstand des SA (ordentlich waschen): Carbonate der Erdalkali und wohl auch von Mg... Sonst: bei Abwesenheit von CO₃²⁻, SO₄²⁻, PO₄³⁻, C₂O₄²⁻, F⁻ bleiben die Erdalkali in Lösung und werden mit (NH₄)₂CO₃ als Carbonate gefällt!</i> Ba neben Ca und Sr:	—	—	—

	<p>Ba^{2+} im Ac-Puffer (Carbonatnds. in 1-2ml verd. Essigsre. lösen und alles CO_2 durch Kochen vertrieben, dann mit 2-3Spaspi NaAc abpuffern!) mit $K_2Cr_2O_7$ quantitativ fällen ($BaCrO_4$ ist quietschgelb!) und abzentrifugieren! Dann den Überstand alkalisch machen, dann mit conc. $(NH_4)_2CO_3$-Lsg. ca. 1min kochen \rightarrow Ca^{2+} und Sr^{2+} ausfällen (quantitativ!), zentrifugieren, den NS noch mal mit $(NH_4)_2CO_3$-Lsg. und Wasser waschen \rightarrow $Cr_2O_7^{2-}$ ist dann weg. Überstand aufheben!!! \rightarrow Ü-Mg Beide Carbonate sind im Säuren nicht beständig \rightarrow zum NS verd. HCl geben \rightarrow $CO_2\uparrow$; dann + H_2O (verdünnen), dann + verd. H_2SO_4, dann ist bei Ca^{2+} leichter NS (Gipsnadeln \rightarrow Mikroskop!), bei Sr^{2+} weißer NS (viel); aber die letzteren beiden sind besser mit Flammenprobe zu unterscheiden!</p>			
Ba²⁺	<p># Flammenfärbung grün (außer Sulfate!!!) \rightarrow Spektroskop!! # $BaSO_4 + 6 (K_2CO_3/Na_2CO_3) \rightarrow$ geschmolzen, anlaugen in H_2O, NS wird mit warmer Na_2CO_3-Lsg ausgewaschen und in warmer verd. Essigsre. gelöst. i.d. Lsg. wird Ba^{2+} mit verd. H_2SO_4 nachgewiesen!!! # $BaSO_4 + 5*Na_2CO_3$ 10 min kochen \rightarrow $BaCO_3$ im Rückstand; (wenn nicht $BaSO_4$) im schwach Essigsäuren + $CrO_4^{2-} \rightarrow BaCrO_4\downarrow$ (gelb, in starken Sren. lösl.!) # $Ba^{2+} + SO_4^{2-} \rightarrow BaSO_4$ (weißer NS, nicht lösl. in Basen & Sren.) #s. JB, S. 174ff</p>			
Sr²⁺	<p># Flammenfärbung karmesinrot \rightarrow Spektroskop!! # Ba entfernen, dann im Säuren mit Sulfat fällen... #s. JB, S. 172 ff</p>			
Ca²⁺	<p># Flammenfärbung ziegelrot... \rightarrow Spektroskop rot und grün li&re von Na # ammoniakalische/schwach essigsäure (durch festes Ac abstumpfen) Ca^{2+} (z.B. $CaCl_2$) -Lsg. + $(NH_4)_2C_2O_4$-Lsg $\rightarrow CaC_2O_4$ (s) (in Essigsre. schwer, in starken Sren. leicht lösl.!) Bei Gegenwart von Ba^{2+} und Sr^{2+} müssen diese durch Zugabe von $(NH_4)_2SO_4$ o. verd H_2SO_4 im Überschuss vorher entfernt werden!! # + SO_4^{2-} weißer NS, lösl. in Sren. #s. JB, S.171f</p>			
Mg²⁺	<p># Ü-Mg in kleiner Porzellanschale eindampfen und anschl. Abrauchen mit conc. $HNO_3 \rightarrow$ vollst. Befreiung von Ammoniumsalzen! Rückstand mit 5Tr verd. HCl und 1ml Wasser aufnehmen...dann weiter ad lib: # Mg^{2+}-Lsg. + verd. NaOH $\rightarrow Mg(OH)_2$ (s); + conc. NH_4Cl-Lsg \rightarrow klar! In Ggw. von Ammoniumsalzen kann die Fällung ausbleiben!!! # Schaukelprobe: Mg^{2+}-Lsg. + I_2/KI-Lsg in Abdampfschale + ca. 2 KOH-Plätzchen, dann „schaukeln“: braunroter, flockiger NS ($Mg(OH)_2$ & I_2), verblasst (bei überschüssigem KOH), bei Zugabe von Essigsäure wieder da! # Mg^{2+}-Lsg. + $NH_3 + NH_4Cl$;- erhitzen, + Na_2HPO_4-Lsg (wird zugetropft) \rightarrow kristalliner NS ($MgNH_4PO_4*6H_2O$) nach abkühlen. Calcium, Strontium, Barium und sämtl. Schwermetalle müssen vorher entfernt werden!!! # 1Spaspi Analysensubstanz in 1ml Wasser gelöst + 5Tr Chinalizarin; dann tropfenweise Zugabe von NaOH unter Umschütteln \rightarrow NS: hellblau, flockig Bem.: es muss immer soviel NaOH zugetropft werden, bis die gesamte Lösung blau gefärbt ist, da Indikator...! #s. JB, S.165ff</p>			
Na⁺	<p># Flamme: nur intensive, lang anhaltende Gelbfärbung ist eindeutig! \rightarrow Mg-Stäbchen mit conc. HCl vorher ausglühen! #s. JB, S.158</p>			
K⁺	<p># Flamme violett, kann aber durch Na^+ - Anwesenheit überdeckt werden! \rightarrow evtl. Cobalt-/Neophanglas!! # die Probelösung muss neutral oder schwach essigsauer und nicht zu verdünnt sein!! Auf TP: 5Tr Probelsg. + 2Tr frische, kältegesättigte $Na_3[Co(NO_2)_6]$-Lsg. \rightarrow gelborange Fällung von $K_2Na[Co(NO_2)_6]$!!! in Gegenwart von NH_4^+: Probelösung im Reagenzglas wird mit $Na_3[Co(NO_2)_6]$-Lsg. im Überschuss versetzt und im Wasserbad 5min erwärmt. Ein zuerst gebildeter NS von $K_2Na[Co(NO_2)_6]$ geht wieder in Lösung, da sich in saurer Lsg. in der Wärme der Cobaltkomplex zersetzt. Die dabei entstehende HNO_2 oxidiert NH_4^+ quantitativ zu N_2. Nach Abkühlen wird erneut in der Kälte mit dem Reagenz auf K^+ geprüft. Zusatz von Ethanol steigert die Empfindlichkeit drastisch! # 2Spaspi Analysensubstanz in 1ml Wasser lösen, mit HCl ansäuern, von ungelöstem abfiltrieren und mit etwa 1ml $HClO_4$ (Perchlorsäurelsg., wenn, dann sehr conc.) versetzen \rightarrow <i>sandiger, weißer NS</i>: $KClO_4$ (Aus hochkonz. Ammoniumsalzlösungen fällt evtl. NH_4ClO_4 aus, welches aber mit wenig Wasser wieder in Lösung geht!) #s. JB, S.159ff</p>			
pH	<p>Messung mit pH-Meter o . Indikatorpapier der wässrigen Lösung (Aufschluss über das Auftreten von H^+ oder OH^-...)</p>			