

Zusammenfassung

Im folgenden Versuch werden mehrere qualitative Analyseverfahren zur Identifikation von Ionen in wässriger Lösung zunächst als Blindprobe durchgeführt. Im Anschluss wird eine unbekannt Probe mit diesen Nachweisreaktionen auf ihre Zusammensetzung hin untersucht.

1 Chemische Grundlagen

Die folgende Tabelle gibt eine kurze Übersicht der anzuwendenden Nachweisreaktionen. Die positiven Nachweise der Probe werden unten eingehender betrachtet.

Nachweis	Prinzip	Indikation	Bemerkung zur Blindprobe
Carbonat / Hydrogencarbonat	Bildung und Zerfall von Kohlensäure	Aufschäumen / Gasentwicklung	Schwache Gasentwicklung (geringe Konz. des Analyten)
Sulfat	Ausfällen von Bariumsulfat	Weißer Niederschlag	Eindeutige Reaktion
Nitrat	Ringprobe (brauner Eisenkomplex)	Brauner Ring an der Phasengrenze	Konnte trotz mehrerer Versuche nicht beobachtet werden (Durchmischung der Phasen)
Halogenide (Chlorid, Bromid, Iodid)	Halogenid-Trennungsgang	Ausfällen von Halogenid-Salzen	Konnte mangels Ausrüstung nur in reduzierter Form vorgeführt werden
Lithium(I)	Fällung als Lithiumphosphat unter Erwärmung	Weißer Niederschlag	Eindeutige Reaktion
Mangan(II)	Oxidationsschmelze	Dunkelgrüne, braune Färbung	Eindeutige Reaktion
Nickel(II)	Fällung als Nickel-Diacetyldioxim	Roter Niederschlag	Eindeutige Reaktion
Eisen(III) (1)	Fällung als Berliner Blau	Tiefblauer Niederschlag	Eindeutige Reaktion
Eisen(III) (2)	Farbreaktion mit Thiocyanat	Tiefrote Färbung	Eindeutige Reaktion
Kupfer(II)	Farbreaktion mit Ammoniak	Tiefblaue Färbung	Eindeutige Reaktion
Calcium(II)	Fällung als Calciumoxalat	Weißer Niederschlag	Eindeutige Reaktion
Ammonium	Austreiben als Ammoniak	Nachweis mit pH-Papier (grün-blau)	Schwache Grünfärbung (geringe Konz. des Analyten)

2 Versuch

2.1 Versuchsaufbau

Für die oben angegebenen Nachweise werden keine komplizierten Versuchsaufbauten benötigt. Die meisten Nachweise lassen sich ohne Probleme in Mikroreagenzgläsern durchführen.

2.2 Versuchsdurchführung

a) Blindproben

Die Nachweisreaktionen werden gemäß der im Skript vorgegebenen Schritte durchgeführt. Eine kurze Bemerkung zu den einzelnen Nachweisen entnehmen Sie bitte obiger Tabelle.

b) Analyse der Probe

Die Ausgegebene Probe wird zuerst auf ihre physikalische Beschaffenheit hin untersucht (Kristallgröße, Löslichkeit, Farbe, Geruch). Im Folgenden wird der pH-Wert der wässrigen Lösung bestimmt. Schließlich werden die Nachweisreaktionen für die Anionen und Kationen abgearbeitet. Wurden jeweils ein Anion und ein Kation identifiziert, kann die Analyse (unter der Annahme, dass ein Reinstoff vorliegt) abgebrochen werden. Die Summenformel der Probe kann nun Anhand der nachgewiesenen Ionen bestimmt werden.

3 Auswertung

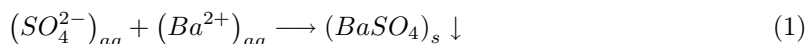
3.1 Indikationen

Bei der Probe handelte es sich um einen *farblosen, grobkörnigen, geruchsneutralen, leicht löslichen, kristallinen* Feststoff, der in wässriger Lösung mit einem pH-Wert von etwa 6 *schwach sauer* reagierte.

Die Nachweisreaktionen der folgenden Ionen waren positiv:

(1) **Sulfat** (SO_4^{2-})

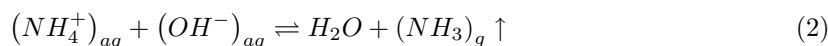
Nach starkem Ansäuern der Analyselösung mit konz. Salzsäure und Zugabe einiger Tropfen Bariumchlorid-Lösung fiel sofort ein weißer, stark dispergierter Niederschlag aus. Dieser konnte auch durch Verdünnung mit entmineralisiertem Wasser nicht aufgelöst werden. Die Reaktionsgleichung dieses Nachweises lautet wie folgt



Da Bariumsulfat ein in Wasser praktisch unlöslicher Feststoff ist, fällt selbiges bei Vorhandensein von Sulfat-Ionen sofort als weißer Niederschlag aus der Lösung aus.

(2) **Ammonium** (NH_4^+)

Die Analyselösung wurde mit konz. Natronlauge in einen stark alkalischen Zustand überführt. Ein angefeuchtetes pH-Papier, das über die Öffnung des Mikroreagenzglases gehalten wurde, zeigte nach wenigen Sekunden eine deutliche Grün- und später Blaufärbung. Die Reaktion verläuft wie folgt



Durch die Zugabe von konz. Natronlauge wird die Konzentration der Hydroxid-Ionen stark erhöht. Dies führt zu einer Gleichgewichtsverschiebung zu Gunsten des gasförmigen Ammoniaks. Dieser dissoziiert wiederum im Wasser des angefeuchteten pH-Papieres und löst dort eine alkalische Reaktion aus, welche durch die Grün/Blau-Färbung des letzteren auf das Vorhandensein von Ammonium-Ionen im Analyten schließen lässt.

Damit wurden Ammonium-Kationen und Sulfat-Anionen nachgewiesen. Dies lässt unter Beachtung der Ladungen der Ionen den Schluss zu, dass es sich bei der zu analysierenden Probe um **Ammoniumsulfat** gehandelt hat, also



3.2 Fehlerdiskussion

Da es sich um eine *qualitative* Analyse handelt, können typische quantitative Messfehler ausgeschlossen werden. Allerdings sind bei der Durchführung der Blindproben folgende Probleme aufgetreten:

- *Ringprobe*: Das Unterschichten der Analyselösung mit konz. Schwefelsäure hat auch nach drei Versuchen nicht zum gewünschten Ergebnis geführt. Das Vermischen der Schwefelsäure mit der wässrigen Lösung des Analyten resultierte in der Zerstörung der für den Nachweis kritischen Phasengrenze.

Allgemein muss bei empfindlichen qualitativen Analysemethoden natürlich auf die Freiheit von Fremdsubstanzen in den Lösungen und Gerätschaften geachtet werden. Schon minimale Verunreinigungen können falsche Indikationen liefern. Bei negativen Ausgängen der Nachweisreaktionen sollte zudem eine Blindprobe (die in unserem Falle als eigener Versuchsteil angelegt war) durchgeführt werden, um die Funktionstüchtigkeit der Reagenzien zu überprüfen.