

# Praktikum 3 – Ionennachweise

Die analytische Chemie befasst sich mit der Ermittlung der chemischen Zusammensetzung von Stoffen und Stoffgemischen, und beantwortet zwei grundlegende Fragen:

- a) **Was** ist enthalten?
- b) **Wie viel** ist enthalten?

Ionen können *qualitativ* anhand von bestimmten **Nachweisreaktionen** identifiziert werden, welche auf den verschiedenen Eigenschaften der Ionen beruhen.

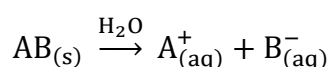
Ziel dieser Praktikumseinheit ist es, spezifische Nachweisreaktionen für verschiedene Ionen kennenzulernen und diese anschließend anzuwenden, um die qualitative Zusammensetzung einer unbekannt Probe zu bestimmen.

## Einleitung

Es gibt verschiedene Arten von Nachweisreaktionen. Wir unterscheiden dabei die Nachweise von Ionen durch:

- Flammenfärbung
- Farbreaktionen
- Bildung von Niederschlägen
- Bildung von Gasen

Ein Salz besteht immer aus positiv geladenen Kationen und negativ geladenen Anionen. **Beide Ionenarten werden getrennt nachgewiesen.** Hierzu müssen die Salze meist erst in Lösung gebracht werden. Beim Auflösen eines Salzes werden Kationen und Anionen voneinander getrennt, z.B.:



Zum Identifizieren eines Salzes werden also jedes Mal zwei Ionen gesucht (ein Anion und ein Kation).

In dieser Praktikumseinheit werden wir uns auf die folgenden Ionen beschränken:

<b>Kationen</b>	<b>Anionen</b>
Li <sup>+</sup>	Cl <sup>-</sup>
Na <sup>+</sup>	Br <sup>-</sup>
K <sup>+</sup>	I <sup>-</sup>
Ca <sup>2+</sup>	NO <sub>3</sub> <sup>-</sup>
Ba <sup>2+</sup>	CO <sub>3</sub> <sup>2-</sup>
Ni <sup>2+</sup>	SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup>
Cu <sup>2+</sup>	
Co <sup>2+</sup>	
Fe <sup>2+</sup>	
Fe <sup>3+</sup>	
NH <sub>4</sub> <sup>+</sup>	

### **Benötigte Chemikalien**

Salzsäure 1M (HCl), Salpetersäure 0,1M (HNO<sub>3</sub>), Schwefelsäure 0,1M (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>), Essigsäure 0,1M (CH<sub>3</sub>COOH), Natriumhydroxid-Plätzchen (NaOH), Natronlauge 1M (NaOH), konz. Ammoniaklösung (NH<sub>3</sub>), verd. Ammoniaklösung (NH<sub>3</sub>), Ammoniumoxalat-Lösung ((NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>C<sub>2</sub>O<sub>4</sub>), Kaliumhexacyanoferrat(II)-Lösung (K<sub>4</sub>[Fe(CN)<sub>6</sub>]), Kaliumhexacyanoferrat(III)-Lösung (K<sub>3</sub>[Fe(CN)<sub>6</sub>]), Ammoniumthiocyanat-Lösung (NH<sub>4</sub>SCN), Bariumchlorid-Lösung (BaCl<sub>2</sub>), Silbernitratlösung (AgNO<sub>3</sub>).

### **Benötigtes Material**

Reagenzgläser, Reagenzglashalter, Spatel, Tropfpipetten, Uhrglas, Magnesiastäbchen, Universalindikator, pH-Papier, Nitrat-Teststäbchen.

## Teil 1: Kationennachweise

### I.1. Charakteristische Farben einzelner Salze

Verschiedene Salze besitzen im festen sowie gelösten Zustand charakteristische Farben. So kann die Farbe des zu untersuchenden Salzes bereits einen ersten Hinweis auf die möglichen Kationen liefern:

Metallkation	Farbe
$\text{Ni}^{2+}$	
$\text{Cu}^{2+}$	
$\text{Fe}^{2+} / \text{Fe}^{3+}$	
$\text{Co}^{2+}$	

Die Farbe eines Salzes gilt jedoch *nicht* als hinreichender Beweis für die einzelnen Kationen. Diese müssen anhand von spezifischen Nachweismethoden eindeutig identifiziert werden!

→ Für weiterführende Tests siehe Punkt I.3

### I.2. Flammenfärbung

Die in Salzen enthaltenen Kationen können für das Element charakteristische Flammenfärbungen hervorrufen. Dieses Nachweisverfahren ist besonders wichtig für die Identifizierung der Elemente der I. und II. Hauptgruppe (Alkali- und Erdalkalimetalle).

#### Durchführung

Eine kleine Probe des zu testenden Salzes wird auf ein Uhrglas gegeben. Anschließend wird die Spitze eines Magnesiastäbchens in der rauschenden Flamme des Bunsenbrenners ausgeglüht, bis der Schweif der Flamme annähernd farblos erscheint. Die noch glühende Spitze des Stäbchens wird dann kurz in das Salz auf dem Uhrglas getaucht und anschließend wieder in die rauschende Flamme des Bunsenbrenners gehalten.

Notiere die zu erkennenden Farben:

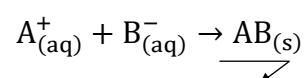
Salz	Metallkation	Farbe
Lithiumchlorid		
Natriumchlorid		
Kaliumcarbonat		
Calciumchlorid		
Bariumchlorid		

Während die Kationen  $\text{Li}^+$ ,  $\text{Na}^+$  und  $\text{K}^+$  anhand ihrer Flammenfärbung eindeutig nachgewiesen werden können, ist dies beim  $\text{Ca}^{2+}$  und  $\text{Ba}^{2+}$  nicht der Fall.

→ Für weiterführende Tests siehe Punkt I.4.a) und b)

### I.3. Fällungsreaktionen mit Natronlauge und Ammoniak

Entsteht bei der Vermischung von 2 klaren Lösungen ein unlöslicher Feststoff, so spricht man von einer **Fällungsreaktion**. Den dabei entstehenden Feststoff nennt man **Niederschlag**, z.B.:



#### Durchführung

In 5 Reagenzgläser wird jeweils eine Spatelspitze des zu testenden Salzes gegeben. Die Salze werden anschließend in etwa 3cm destilliertem Wasser aufgelöst.

Zu jeder Lösung werden nun ein paar Tropfen Natronlauge 1M gegeben und die Farbe des gebildeten Niederschlags notiert.

Anschließend werden zu den verschiedenen Lösungen ein paar Tropfen einer konzentrierten Ammoniaklösungen gegeben. Notiere jeweils, was dabei mit dem Niederschlag passiert.

Salz	Metall- kation	Farbe des Nieder- schlags mit NaOH	Zugabe von konz. Ammoniak
Nickel(II)-chlorid			
Kupfer(II)-sulfat			
Cobalt(II)-chlorid			
Eisen(II)-sulfat			
Eisen(III)-chlorid			

Lösungsgleichung von Nickel(II)-chlorid:

Lösungsgleichung von Natriumhydroxid:

Ionengleichung der Reaktion von Nickel(II)-chlorid mit Natriumhydroxid:

Vereinfachte Ionengleichung:

### **Bemerkung**

Die eigentlichen Reaktionspartner sind in diesem Beispiel die  $\text{Ni}^{2+}$ - und die  $\text{OH}^-$ -Ionen, die den schwerlöslichen Niederschlag von Nickel(II)-hydroxid bilden. Die  $\text{Na}^+$ - und  $\text{Cl}^-$ -Ionen sind zwar sehr wohl in der Lösung vorhanden, nehmen aber nicht an der eigentlichen Reaktion teil. Aus diesem Grund werden sie als **Zuschauerionen** bezeichnet und müssen in der vereinfachten Ionengleichung nicht angegeben werden.

Während die Kationen  $\text{Ni}^{2+}$ ,  $\text{Cu}^{2+}$  und  $\text{Co}^{2+}$  auf diese Art eindeutig nachgewiesen werden können, müssen zur Unterscheidung von  $\text{Fe}^{2+}$  und  $\text{Fe}^{3+}$  noch weitere Tests durchgeführt werden.

→ Für weiterführende Tests siehe Punkt I.4.c), d) und e)

## I.4. Spezifische Nachweisreaktionen

### 1.4.a Nachweis von $\text{Ba}^{2+}$ mit Natriumsulfat

#### Durchführung

Eine Spatelspitze Bariumchlorid wird in ein Reagenzglas gegeben und in etwa 3cm destilliertem Wasser aufgelöst. Zu der Lösung werden ein paar Tropfen einer Natriumsulfat-Lösung gegeben.

#### Beobachtung:

Lösungsgleichung von Bariumchlorid:

Lösungsgleichung von Natriumsulfat:

Ionengleichung der Reaktion von Bariumchlorid mit Natriumsulfat:

Vereinfachte Ionengleichung:

### 1.4.b Nachweis von $\text{Ca}^{2+}$ mit Ammoniumoxalat ( $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$ )

**Bemerkung:** Beim *Oxalat* handelt es sich um die Atomgruppe  $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$  mit der Wertigkeit 2.

#### Durchführung

Eine Spatelspitze Calciumchlorid wird in ein Reagenzglas gegeben und in etwa 3cm destilliertem Wasser aufgelöst. Zu der Lösung werden dann zunächst ein paar Tropfen Essigsäure 0,1M und anschließend ein paar Tropfen einer Ammoniumoxalat-Lösung ( $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$ ) gegeben.

#### Beobachtung:

Lösungsgleichung von Calciumchlorid:

Lösungsgleichung von Ammoniumoxalat:

Ionengleichung der Reaktion von Calciumchlorid mit Ammoniumoxalat:

Vereinfachte Ionengleichung:

#### **1.4.c Nachweis von $\text{Fe}^{3+}$ als "Berliner Blau"**

##### **Durchführung**

Eine Spatelspitze Eisen(III)-chlorid wird in ein Reagenzglas gegeben und in etwa 3cm destilliertem Wasser aufgelöst. Zu der Lösung werden ein paar Tropfen einer Kaliumhexacyanoferrat(II)-Lösung zugegeben.

##### **Beobachtung:**

Zur Überprüfung kann zusätzlich die Nachweisreaktion 1.4.d) durchgeführt werden.

#### **1.4.d Nachweis von $\text{Fe}^{3+}$ mit Ammoniumthiocyanat ( $\text{NH}_4\text{SCN}$ )**

**Bemerkung:** Beim *Thiocyanat* handelt es sich um die Atomgruppe  $\text{SCN}^-$  mit der Wertigkeit 1.

##### **Durchführung**

Eine Spatelspitze Eisen(III)-chlorid wird in ein Reagenzglas gegeben und in etwa 3cm destilliertem Wasser aufgelöst. Zu der Lösung werden ein paar Tropfen einer Ammoniumthiocyanat-Lösung ( $\text{NH}_4\text{SCN}$ ) zugegeben.

##### **Beobachtung:**

#### 1.4.e Nachweis von $\text{Fe}^{2+}$ als « Turnbells Blau »

**Bemerkung:** Im Gegensatz zu der Nachweisreaktion 1.4.c) wird hier mit Kaliumhexacyanoferrat(III) gearbeitet um auf  $\text{Fe}^{2+}$ -Ionen zu testen, und *nicht* auf  $\text{Fe}^{3+}$ -Ionen!

#### Durchführung

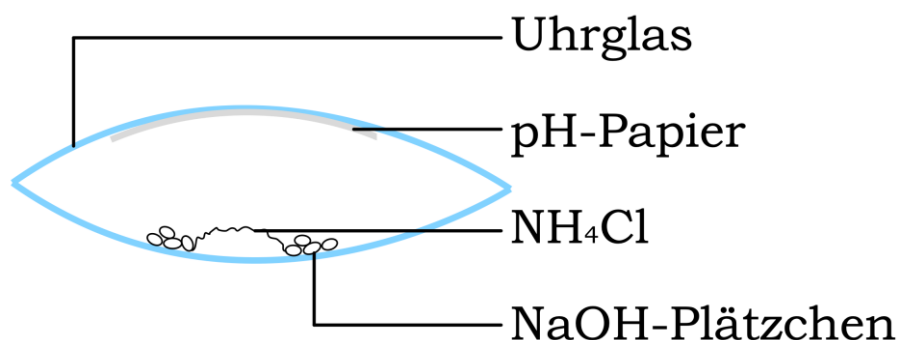
Eine Spatelspitze Eisen(II)-sulfat wird in ein Reagenzglas gegeben und in etwa 3cm destilliertem Wasser aufgelöst. Zu der Lösung werden ein paar Tropfen einer Kaliumhexacyanoferrat(III)-Lösung zugegeben.

#### Beobachtung:

#### 1.4.f Nachweis von Ammonium-Ionen mit Natriumhydroxid

#### Durchführung

Ein kleiner Spatel Ammoniumchlorid wird auf ein Uhrglas gegeben und mit 3 Natriumhydroxid-Plätzchen (**Achtung, sehr ätzend!!**) vermischt. Ein kleiner Streifen pH-Papier wird mit etwas Wasser angefeuchtet und auf ein zweites Uhrglas „geklebt“. Das erste Uhrglas wird dann mit einem zweiten Uhrglas bedeckt, ohne dass das pH-Papier eines der Feststoffe berührt. Beachte hierzu die folgende Skizze:



#### Beobachtung:

#### Schlussfolgerung:



Lösungsgleichung von Ammoniumchlorid:

Lösungsgleichung von Natriumhydroxid:

Ionengleichung der Reaktion von Ammoniumchlorid mit Natriumhydroxid:

Vereinfachte Ionengleichung:

## **Teil 2: Nachweise von Anionen**

### **II.1 Spezifische Nachweisreaktionen**

#### **II.1.a Nachweis von Carbonat-Ionen mit Salzsäure (HCl)**

##### **Durchführung**

In einem Reagenzglas wird ein Spatel Natriumcarbonat vorgelegt (bei diesem Versuch wird ausnahmsweise mit dem Feststoff gearbeitet, da ein positiver Nachweis so besser erkennbar ist). Zum Natriumcarbonat werden anschließend zügig ein paar Milliliter Salzsäure 1M zugegeben.

##### **Beobachtung:**

##### **Schlussfolgerung:**

Lösungsgleichung von Salzsäure:

Lösungsgleichung von Natriumcarbonat:

Ionengleichung der Reaktion von Salzsäure mit Natriumcarbonat:

Vereinfachte Ionengleichung:

## II.1.b Nachweis des Sulfat-Ions mit Bariumchlorid-Lösung

### Versuch:

Eine Spatelspitze Natriumsulfat wird in ein Reagenzglas gegeben und in etwa 3cm destilliertem Wasser aufgelöst. Die Lösung wird mit 3 Tropfen Salzsäure 1M angesäuert und anschließend werden ein paar Tropfen einer Bariumchlorid-Lösung zugesetzt.

### Beobachtung:

Lösungsgleichung von Natriumsulfat:

Lösungsgleichung von Bariumchlorid:

Ionengleichung der Reaktion von Bariumchlorid mit Natriumsulfat:

Vereinfachte Ionengleichung:

## II.1.c Nachweis der Halogenid-Ionen $\text{Cl}^-$ , $\text{Br}^-$ und $\text{I}^-$ mit Silbernitratlösung

**Achtung:** Silbernitrat ("Höllenstein") ist ätzend und verursacht schwarze Flecken auf der Haut!

### Durchführung

In 3 Reagenzgläser wird jeweils eine Spatelspitze des zu testenden Salzes gegeben. Die Salze werden anschließend in etwa 3cm destilliertem Wasser aufgelöst. Die Lösungen werden dann zunächst mit 3 Tropfen verdünnter Salpetersäure angesäuert und anschließend ein paar Tropfen einer Silbernitratlösung zugegeben. Notiere die Farbe der gebildeten Niederschläge.

Salz	Formel	Anion	Farbe des Niederschlags
Natriumchlorid		Cl <sup>-</sup>	
Natriumbromid		Br <sup>-</sup>	
Natriumiodid		I <sup>-</sup>	

Zur Unterscheidung zwischen den Chlorid- und den Bromid-Ionen, deren Niederschläge recht ähnliche Farben aufweisen können, werden anschließend etwa 2-3 mL konzentrierte Ammoniak-Lösung hinzugegeben.

**Beobachtung:**

Lösungsgleichung von Natriumchlorid:

Lösungsgleichung von Silbernitrat:

Ionengleichung der Reaktion von Natriumchlorid mit Silbernitrat:

Vereinfachte Ionengleichung (der Reaktion mit Natriumchlorid):

## II.2 Nachweise mit Teststäbchen

### Nachweis von Nitrationen mit Teststäbchen

#### Durchführung

Eine Spatelspitze Kaliumnitrat wird in ein Reagenzglas gegeben und in etwa 10cm destilliertem Wasser aufgelöst. Man taucht ein Nitrat-Teststäbchen während einer Sekunde in die Salzlösung und lässt das Teststäbchen eine Minute lang trocknen. Notiere das Ergebnis.

**Beobachtung:**

### **Teil 3: Anwendungsbeispiel**

Anhand der zuvor beschriebenen Nachweismethoden ist es möglich, ein unbekanntes Salz zu identifizieren. Dabei ist es unabdinglich, **gut organisiert** und **systematisch** vorzugehen!

Jeder Gruppe wird nur eine kleine Menge des zu untersuchenden Salzes zur Verfügung gestellt. Um alle notwendigen Untersuchungen durchführen zu können, müssen alle Versuche **mit einem kleinen Anteil der Probe** durchgeführt werden!

Nachdem Du nun das Kation und das Anion deines Salzes bestimmt hast, musst Du nur noch die Ladungen ausgleichen und die Formel des Salzes notieren.

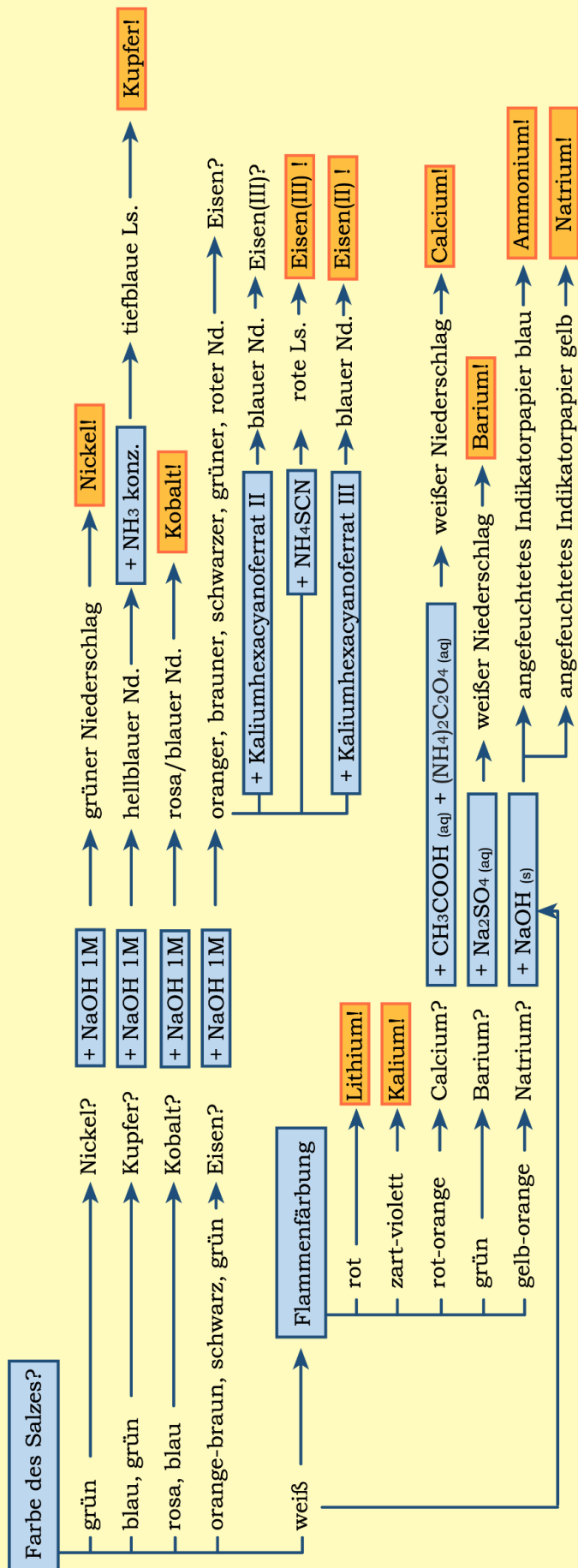
#### **Beispiel**

Du hast ein weißes Salz, das eine rote Flammenfärbung verursacht und mit Bariumchlorid-Lösung einen weißen Niederschlag bildet.

→ Das Salz enthält die Ionen \_\_\_\_\_.

→ Die Formel des Salzes lautet also \_\_\_\_\_.

# Kationen



# Anionen

