



TECHNISCHE UNIVERSITÄT
CHEMNITZ

CHEMISCHES GRUNDPRAKTIKUM

Protokoll
«CfP3 - Kationenreaktionen»

Martin Wolf

<martin.wolf@hrz.tu-chemnitz.de>

Betreuerin: Frau Sachse

Datum: 28.04.2006
8:00 Uhr bis 12:00 Uhr

Unterschrift, Martin Wolf

1 Allgemeine Grundlagen

Nach der Durchführung von Vorprobenreaktionen und den Nachweis von Anionen schließt sich innerhalb der qualitativen Analyse die Untersuchung eines gegebenen Substanzgemisches auf vorhandene Kationen an.

Wie schon bei den zu bestimmten Anionen (Versuch CfP 2) kennengelernt, dienen auch zum Nachweis einzelner Kationen zum überwiegenden Teil Fällungsreaktionen. Bevorzugt werden dabei Niederschläge, die an ihrer Farbigkeit oder dem Kristallhabitus leicht erkennbar sind. In einigen Fällen nutzt man auch Farb- und Geruchsreaktionen zur Identifizierung bestimmter Ionenarten aus.

Nachweisreaktionen besitzen im allgemeinen eine hohe Empfindlichkeit, d.h. sie sprechen bereits auf sehr geringe Mengen des gesuchten Stoffes (Ions) an. Als Maß für die Empfindlichkeit dienen die „Grenzkonzentration“ und die „Erfassungsgrenze“ (auch Nachweisgrenze) des nachzuweisenden Stoffes.

Bei einer qualitativen Analyse geht es oft darum, mehrere Kationen nebeneinander nachzuweisen. Das ist in der Regel nicht ohne weiteres möglich, da sich die verschiedenen Nachweisreaktionen gegenseitig stören. Es macht sich deshalb erforderlich, die verschiedenen Kationen zunächst von einander zu trennen und sie dann einzeln zu identifizieren. Das wird mit Hilfe sogenannter „Trennungsgänge“ möglich, die im Prinzip darin bestehen, dass nacheinander mit bestimmten Reagenzien „Elementgruppen“ gefällt werden. Diese Gruppenfällungen werden ihrerseits einer weiteren Auftrennung in Einzelelemente unterworfen und letztere getrennt nachgewiesen.

Dieser Versuch soll dazu dienen kennenzulernen, wie man die folgenden Kationen nachweisen kann: Kupfer(II)-Ionen (Cu^{2+}), Eisen(III)-Ionen (Fe^{3+}), Cobalt(II)-Ionen (Co^{2+}), Nickel(II)-Ionen (Ni^{2+}), Zink(II)-Ionen (Zn^{2+}), Blei(II)-Ionen (Pb^{2+}), Chrom(III)-Ionen (Cr^{3+}) und Silber(I)-Ionen (Ag^+).

2 Durchführung des Experimentes – Messwerte

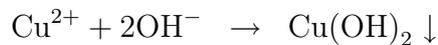
Die unterstrichenen Abschnitte markieren die jeweiligen sicheren Nachweisreaktionen.

2.1 Kupfer(II)-Ionen

Zu je etwa 1 ml einer Kupfer(II)-sulfatlösung (CuSO_4) gibt man:

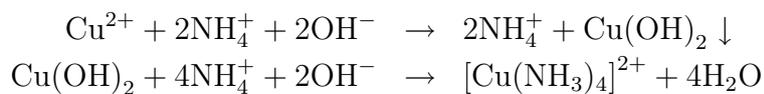
2.1.1 Natronlauge (NaOH)

Es fällt Kupfer(II)-hydroxid als blauer unlöslicher Niederschlag aus.



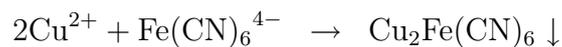
2.1.2 Ammoniakwasser (NH_4OH)

Es fällt zunächst blaues Kupfer(II)-hydroxid aus, das im Überschuss von Ammoniak als dunkelblaues Tetramminkupfer(II)-hydroxid in Lösung geht.



2.1.3 Kaliumhexacyanoferrat(II)-Lösung ($\text{K}_4\text{Fe}(\text{CN})_6$)

Es fällt braunes Kupfer(II)-hexacyanoferrat(II) aus.

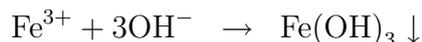


2.2 Eisen(III)-Ionen

Zu je etwa 1 ml einer Eisen(III)-chloridlösung (FeCl_3) gibt man:

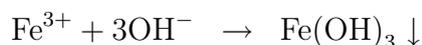
2.2.1 Natronlauge (NaOH)

Es fällt Eisen(III)-hydroxid als orangener unlöslicher Niederschlag aus.



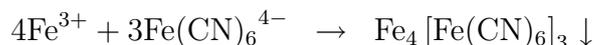
2.2.2 Ammoniakwasser (NH_4OH)

Es fällt Eisen(III)-hydroxid als orangener unlöslicher Niederschlag aus.

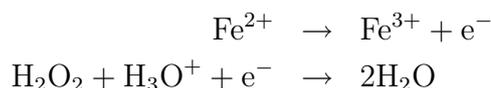


2.2.3 Kaliumhexacyanoferrat(II)-Lösung ($\text{K}_4\text{Fe}(\text{CN})_6$)

Es fällt ein blauer Niederschlag von Eisen(III)-hexacyanoferrat(II) („Berliner Blau“) aus.



Um Eisen(II)-Ionen mit einer Kaliumhexacyanoferrat(II)-Lösung nachzuweisen, versetzt man eine Eisen(II)-Lösung mit Wasserstoffperoxid (H_2O_2) und wenig verdünnter Schwefelsäure (H_2SO_4) und erhitzt diese, sodass die folgende Redoxreaktion abläuft, wobei das Eisen(II) zu Eisen(III) oxidiert wird:



Schließlich gibt man Kaliumhexacyanoferrat(II)-Lösung hinzu und die Eisen(III)-Ionen werden wie oben nachgewiesen.

2.2.4 Ammoniumthiocyanat-Lösung (NH_4SCN)

Es bildet sich ein löslicher, blutrot gefärbter Eisen(III)-thiocyanatkomplex.



Durch Zugabe von Amylalkohol färbt sich dieser rot.

Störung:

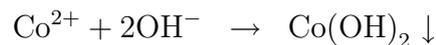
Cobalt(II)-Ionen durch Bildung eines blauen thiocyanationenhaltigen Komplexes.

2.3 Cobalt(II)-Ionen

Zu je 1 ml einer Cobalt(II)-chloridlösung gibt man:

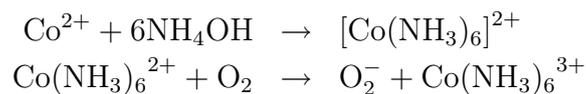
2.3.1 Natronlauge (NaOH)

Es fällt in der Wärme rasch Cobalt(II)-hydroxid als blau-violetter unlöslicher Niederschlag aus.



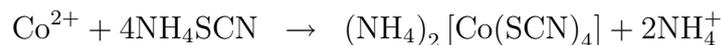
2.3.2 Ammoniakwasser (NH₄OH)

Es fällt zunächst Hexaamminkobalt(II) als blauer Niederschlag aus, der sich im Überschuss von Ammoniak unter Bildung eines gelbbraunen Hexaamminkobaltkomplexes auflöst und sich beim Stehen durch Luftsauerstoff allmählich rötlich färbt, wobei Cobalt in die Oxidationsstufe +3 übergeht.



2.3.3 Festes Ammoniumthiocyanat (NH₄SCN)

Nach Sättigung mit Ammoniumthiocyanat bildet sich eine tiefblau gefärbte Ammonium-tetrathiocyanatocobalt(II)-Lösung.



Durch Zugabe von Amylalkohol färbt sich dieser blau.

Störung:

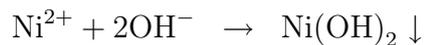
Eisen(III)-Ionen (mit festem Natriumfluorid in farblosen, etherunlöslichen Komplex $[\text{FeF}_6]^{3-}$ überführen)

2.4 Nickel(II)-Ionen

Zu je 1 ml einer Nickel(II)-chloridlösung gibt man:

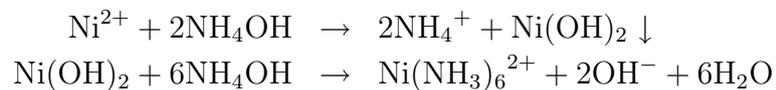
2.4.1 Natronlauge (NaOH)

Es fällt Nickel(II)-hydroxid als grün-weißer unlöslicher Niederschlag aus.



2.4.2 Ammoniakwasser (NH₄OH)

Es fällt zunächst Nickel(II)-hydroxid als blauer Niederschlag aus, der sich im Überschuss von Ammoniak unter Bildung von Hexamminnickel(II)-hydroxid als blaue Lösung auflöst.



2.4.3 Dimethylglyoxim

Es bildet sich (in neutraler, essigsaurer und ammoniakalischer Lösung) ein rotes, schwerlösliches „inneres Komplexsalz“. Aus mineral-saurer Lösung fällt der Niederschlag erst beim Neutralisieren mit Ammoniak oder nach Abstumpfen mit Natriumacetat.

Störung:

Starke Oxidationsmittel (u.a. Nitration), wodurch lediglich eine rote bis rotorange Färbung entsteht.

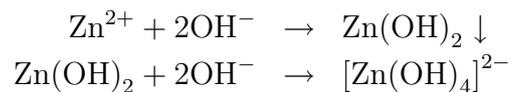
Cobalt(II)- und Eisen(III)-Ionen ergeben eine braunrote Färbung. Lösung deshalb vorher mit Wasserstoffperoxid kochen.

2.5 Zink(II)-Ionen

Zu je 1 ml einer Zink(II)-sulfatlösung gibt man:

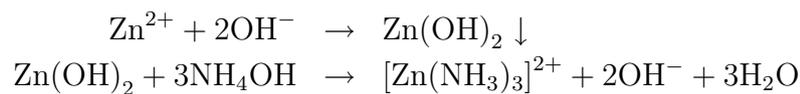
2.5.1 Natronlauge (NaOH)

Es fällt zunächst weißes Zink(II)-hydroxid aus, das sich im Überschuss unter Bildung eines Tetrahydroxozincatkomplexes auflöst.



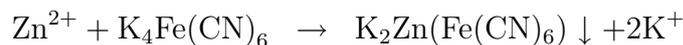
2.5.2 Ammoniakwasser (NH₄OH)

Es fällt zunächst weißes Zink(II)-hydroxid aus, das im Überschuss von Ammoniak unter Bildung von Tetramminzinkhydroxid löslich ist.



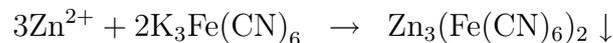
2.5.3 Kaliumhexacyanoferrat(II)-Lösung (K₄Fe(CN)₆)

Es bildet sich ein schwerlöslicher, schmutzig weißer Niederschlag von Kalium- Zinkhexacyanoferrat(II), der erst allmählich in der Wärme entsteht.



2.5.4 Kaliumhexacyanoferrat(III)-Lösung (K₃Fe(CN)₆)

Es bildet sich ein braun-gelber Niederschlag von Zinkhexacyanoferrat(III).

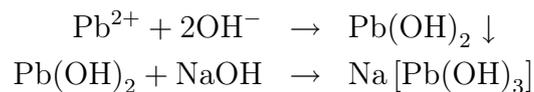


2.6 Blei(II)-Ionen

Zu je 1 ml einer Blei(II)-nitratlösung gibt man:

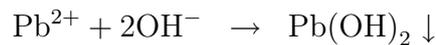
2.6.1 Natronlauge (NaOH)

Es fällt zunächst weißes Blei(II)-hydroxid aus, das sich im Überschuss unter Bildung von Natriumtetrahydroxoplumbat(II) auflöst.



2.6.2 Ammoniakwasser (NH₄OH)

Es fällt weißes unlösliches Blei(II)-hydroxid aus.



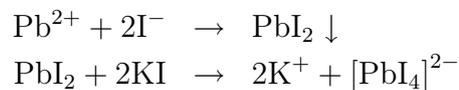
2.6.3 Salzsäure (HCl)

Es fällt wenig lösliches Blei(II)-chlorid aus, das sich beim Erwärmen auflöst und beim Abkühlen in Form langer, weiß glänzender Nadeln wieder kristallisiert.



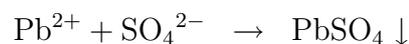
2.6.4 Kaliumiodid (KI)

Es bildet sich schwerlösliches, gelbes Blei(II)-iodid, das sich beim Erwärmen auflöst und beim Abkühlen in Form langer, weiß glänzender Blättchen wieder kristallisiert. Blei(II)-iodid löst sich bei einem Überschuss von Kaliumiodid auf.



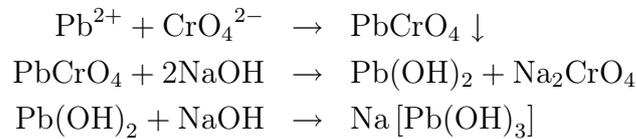
2.6.5 Schwefelsäure (H₂SO₄)

Es bildet sich weißes, schwerlösliches Blei(II)-sulfat.



2.6.6 Kaliumchromatlösung (K_2CrO_4)

Es fällt gelbes Blei(II)-chromat aus, das in Natronlauge oder Salpetersäure löslich ist.

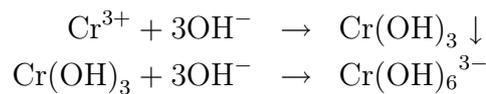


2.7 Chrom(III)-Ionen

Zu je 1 ml einer Chrom(III)-chloridlösung gibt man:

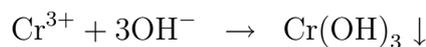
2.7.1 Natronlauge (NaOH)

Es fällt zunächst grün-blaues Chrom(III)-hydroxid aus, das im Überschuss unter Bildung von Hexahydroxochromat(III)-komplexes in grüne Lösung geht.



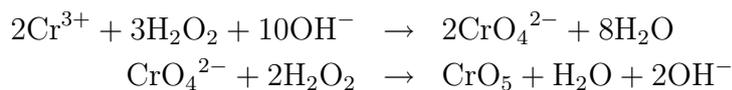
2.7.2 Ammoniakwasser (NH_4OH)

Es fällt grün-weißes unlösliches Chrom(III)-hydroxid aus.



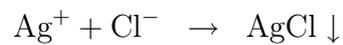
2.7.3 ein Gemisch von Natronlauge und Wasserstoffperoxid

Beim Erwärmen entsteht eine Gelbfärbung durch Bildung von Chromationen. Diese Lösung wird mittels fließend kalten Wasser auf Zimmertemperatur abgekühlt, mit wenig halbkonzentrierter Schwefelsäure langsam angesäuert, mit etwa 3 ml Amylalkohol überstrichen, nochmals mit 1-2 ml Wasserstoffperoxidlösung versetzt und geschüttelt. Die Amylalkoholphase färbt sich blau durch die Bildung von Chromperoxid, das mit dem Alkohol eine Anlagerungsverbindung bildet.



2.8 Silber(I)-Ionen

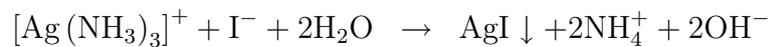
Zu etwa 1 ml einer Silbernitratlösung (AgNO_3) gibt man Salzsäure (HCl). Es bildet sich ein weißer Niederschlag von Silber(I)-chlorid.



Das Silber(I)-chlorid löst sich durch Zugabe von Ammoniak unter Bildung eines Diamminsilber(I)-Komplexes auf.



Durch Zugabe von Kaliumiodid fällt schließlich gelbes Silber(I)-iodid aus.



3 Auswertung

3.1 R- und S-Sätze der verwendeten Stoffe

Die Tabelle 1 zeigt die R- und S-Sätze der verwendeten Stoffe.

Stoff	R-Sätze	S-Sätze
Natriumhydroxid (NaOH)	35	1/2-45
Wasserstoffperoxid (H ₂ O ₂)	34	1/2-28.1-3-36/39-45
Ammoniumthiocyanat (NH ₄ SCN)	20/21/22-33	2-13
Kaliumchromat (K ₂ CrO ₄)	36/37/38-43-49-50/53	2-45-53-60-61
Eisen(III)-chlorid (FeCl ₃)	22-38-41	1/2-26-39
Cobalt(II)-chlorid (CoCl ₂)	25-40	2-36/37/39-45
Zink(II)sulfat (ZnSO ₄)	36/38	2-22-25
Blei(II)-nitrat (Pb(NO ₃) ₂)	61-62-8-20/22-33	53-17-45
Chrom(III)-chlorid (CrCl ₃)	22-36/37/38	26-36

Tabelle 1: R- und S-Sätze der verwendeten Stoffe

3.2 Vergleich des Verhaltens der untersuchten Metallionen gegenüber Natronlauge und Ammoniakwasser

Die gemachten Beobachtungen während der Durchführung bei Zugabe von Natronlauge bzw. Ammoniakwasser sollen in tabellarischer Form dargestellt werden. Die Tabelle 2 zeigt dies.

Ion	Natronlauge (NaOH)		Ammoniakwasser (NH ₄ OH)	
	Löslichkeit	Farbe	Löslichkeit	Farbe
Cu ²⁺	Nd	braun	Nd / Lösg	blau / tiefblau
Fe ³⁺	Nd	orange	Nd	orange
Co ²⁺	Nd	blau-violett	Nd	blau, später gelb-rot
Ni ²⁺	Nd	grün-weiß	Nd / Lösg	blau / blau
Zn ²⁺	Nd / Lösg	weiß / farblos	Nd / Lösg	weiß / farblos
Pb ²⁺	Nd / Lösg	weiß / farblos	Nd	weiß
Cr ³⁺	Nd / Lösg	weiß / farblos	Nd	grün-weiß
Ag ⁺	—	—	—	—

Tabelle 2: Beobachtungen bei Zugabe von Natronlauge bzw. Ammoniakwasser im Überschuss

3.3 Nachweis eines Kupfer(II)/Eisen(III)-Ionen-Gemisches

Zur Trennung und Nachweis der Kupfer(II)- bzw. Eisen(III)-Ionen geht man nach folgenden Schritten vor:

1. Zugabe von Ammoniakwasser \Rightarrow Eisen(III)-Ionen fallen aus
2. Filtrierung \Rightarrow Kupfer(II)-Ionen-Lösung und Eisen(III)-Ionen-Niederschlag
3. Eisen(III)-Ionen-Niederschlag mit Salzsäure lösen
4. Ansäuern der Kupfer(II)-Ionen-Lösung mit Salzsäure
5. Kupfer(II)-Nachweis mit Kaliumhexacyanoferrat(II)-Lösung
6. Eisen(III)-Nachweis mit Ammoniumthiocyanat-Lösung

3.4 Nachweis eines Zink(II)/Nickel(II)-Ionen-Gemisches

Zur Trennung und Nachweis der Zink(II)- bzw. Nickel(II)-Ionen geht man nach folgenden Schritten vor:

1. Zugabe von Natronlauge \Rightarrow Nickel(II)-Ionen fallen aus
2. Filtrierung \Rightarrow Zink(II)-Ionen-Lösung und Nickel(II)-Ionen-Niederschlag
3. Nickel(II)-Ionen-Niederschlag mit Salzsäure lösen
4. Nickel(II)-Ionen-Lösung mit Ammoniakwasser in basischen Bereich bringen
5. Nickel(II)-Nachweis mit Dimethylglyoxin
6. Zink(II)-Nachweis mit Kaliumhexacyanoferrat(II)-Lösung