

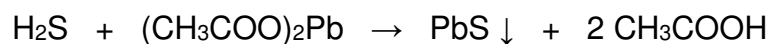
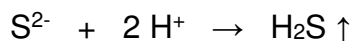
Nachweis der Anionen Sulfid, Sulfat, Nitrat, Phosphat und Carbonat

Vorbetrachtung:

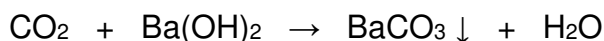
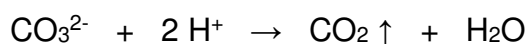
Der Nachweis von Substanzen ist eine Kernaufgabe der analytischen Chemie. Darüber hinaus sind die Fragestellungen über das Vorhandensein verschiedener Mineralstoffe auch für Biologen und Geologen von großer Bedeutung. Zu den wichtigsten Anionen zählen Sulfid, Sulfat, Nitrat, Phosphat und Carbonat. Beim Nachweis der einzelnen Ionen nebeneinander ist eine gewisse Vorsicht geboten, aufgrund von Störungen.

Häufig werden Reaktionen genutzt, die eine Farbänderung oder einen Niederschlag hervorrufen. Im besten Fall kommt es nur zur Reaktion mit einem einzigen Analyten, der Nachweis gilt dann als spezifisch. Bei einem unspezifischen Nachweis reagieren mehrere Analyten mit dem Nachweisreagenz auf eine ähnliche Art und geben ähnliche Reaktionen, sodass eine eindeutige Zuordnung schwierig ist. Die Nachweise erfolgen teilweise aus der festen Probensubstanz, aber meist aus einer wässrigen Analysenlösung.

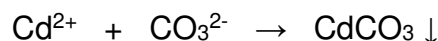
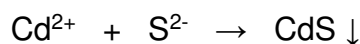
Aus der festen Substanz kann auf Carbonat- und Sulfid-Ionen getestet werden. Durch Zugabe einer starken Säure werden diese Ionen aus Ihrem Salz vertrieben und steigen als Gase auf. Aus den Sulfid-Ionen entsteht Schwefelwasserstoff, der an seinem charakteristischen Geruch nach faulen Eiern erkannt werden kann. Zusätzlich lässt sich der Schwefelwasserstoff mit Bleiacetat-Papier nachweisen, es kommt zur Bildung von schwarzem Blei(II)-sulfid.



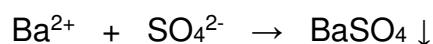
Analoges passiert beim Carbonat-Ion. Allerdings zerfällt die entstandene Kohlensäure sofort zu Wasser und Kohlenstoffdioxid, welches als farb- und geruchloses Gas aufsteigt. Wird dieses in Bariumhydroxid eingeleitet, fällt Bariumcarbonat als weißer Feststoff aus.



Der Nachweis von Sulfid- und Carbonat-Ionen kann aber auch aus neutraler wässriger Lösung erfolgen. Beide Ionen werden mit Cadmiumacetat ausgefällt. Es bildet sich zunächst gelbes Cadmiumsulfat, anschließend weißes Cadmiumcarbonat.

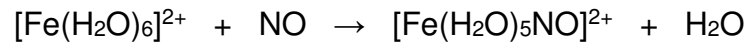
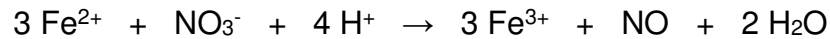


Da Sulfid-Ionen die weiteren Nachweise stören, müssen diese zu Beginn der Analyse vollständig ausgefällt werden. Sulfat-Ionen lassen sich aus salzsaurer Lösung mit Bariumchlorid als weißes Bariumsulfat ausfällen.



Nitrat-Ionen können mit der Ringprobe nachgewiesen werden. Dabei kommt es zu einer Redoxreaktion zwischen den Nitrat-Ionen und Eisen(II)-Ionen. Es entstehen

Stickstoffmonoxid und Eisen(III)-Ionen. Weitere Eisen(II)-Ionen, welche als Hexaaquaeisen(II)-Komplex vorliegen, reagieren mit dem Stickstoffmonoxid und es entsteht eine braune Farbe des Pentaquanitrosyleisen(II)-Komplexes. Die Reaktion findet an einer Grenzschicht zwischen der Analyselösung und konz. Schwefelsäure statt. Der Name des Nachweises leitet sich von der ringförmigen Ausbildung der Braunfärbung ab.



Der Nachweis von Phosphat-Ionen erfolgt mit Ammoniumheptamolybdat. In saurer Lösung bildet sich ein gelber Niederschlag von Ammoniummolybdophosphat. Der Nachweis versagt bei u.a. bei zu hoher Phosphat-Konzentration.



Testatfragen:

1. In welchen typischen Verbindungen sind Sulfid-, Sulfat-, Nitrat-, Phosphat- und Carbonat-Ionen natürlich zu finden?
2. Wie lauten die Nachweise für Sulfid-, Sulfat-, Nitrat-, Phosphat- und Carbonat-Ionen?
3. Welche Störungen sind bei den jeweiligen Reaktionen zu erwarten?
4. Worin unterscheiden sich Einstoff- und Mehrstoffanalysen?

Aufgabe:

Untersuchen Sie die gegebenen Proben auf die Anwesenheit von Sulfid-, Sulfat-, Nitrat-, Phosphat- und Carbonat-Ionen! Es handelt sich um eine Einstoffanalyse (nur ein Ion) und eine Mehrstoffanalyse (mehrere Ionen nebeneinander). Alle Ionen liegen in Form leichtlöslicher Salze vor.

Durchführung:

1. Einzelnachweise der Anionen

a) *Nachweis von Sulfid durch Geruch und mit Bleiacetatpapier:*

Auf einem Uhrglas werden einige Krümel der Probensubstanz mit halbkonz. Salzsäure versetzt. Das Uhrglas wird mit einem zweiten Uhrglas sofort abgedeckt, auf welchem zuvor ein Streifen Bleiacetatpapier befestigt wurde.

Bei Anwesenheit von Sulfid-Ionen steigt Schwefelwasserstoff auf, dieser hat einen charakteristischen Geruch nach faulen Eiern. Wenn sich das weiße Bleiacetatpapier schwarz färbt, zeigt dieses einen positiven Nachweis an.

b) Nachweis von Carbonat mit Bariumhydroxid (Barytwasser)

In einem HM-Reagenzglas mit seitlichem Ansatz werden einige Krümel der festen Probensubstanz mit halbkonz. Salzsäure versetzt. Das Reagenzglas wird sofort mit einem passenden Stopfen verschlossen. Durch den seitlichen Ansatz wird das entstehende Gas mithilfe eines Gummischlauches in gesättigte Bariumhydroxid-Lösung eingeleitet. Ein weißer Niederschlag von Bariumcarbonat zeigt die Anwesenheit von Carbonat-Ionen in der Probe.

c) Nachweis von Sulfid- und Carbonat-Ionen mit Cadmiumacetat

In einem Reagenzglas mit etwas wässriger Analysenlösung (muss neutral sein) wird tropfenweise 0,5 mol/L Cadmiumacetat-Lösung zugegeben. Ein gelber Niederschlag von Cadmiumsulfid zeigt einen positiven Nachweis an. Wenn alle Sulfid-Ionen ausgefällt wurden, kommt es zur Bildung von weißem Cadmiumcarbonat.

d) Nachweis von Sulfat mit Bariumchlorid

In einem Reagenzglas mit etwas wässriger Analysenlösung (leicht angesäuert mit 2 mol/L Salzsäure) werden einige Tropfen 1 mol/L Bariumchlorid-Lösung gegeben. Ein weißer Niederschlag von Bariumsulfat zeigt einen positiven Nachweis.

e) Nachweis von Nitrat mit der Ringprobe

In einem Reagenzglas wird etwas wässrige Analysenlösung mit 2 mol/L Schwefelsäure angesäuert und mit einer frisch angesetzten Eisen(II)-sulfat Lösung versetzt. Das Gemisch wird vorsichtig mit konz. Schwefelsäure unterschichtet. Dazu wird das Reagenzglas schräg gehalten und die Schwefelsäure mit einer Pipette an der inneren Reagenzglaswand herunterlaufen gelassen. Es bilden sich zwei Phasen, eine Durchmischung ist zu vermeiden. Bildet sich an der Grenzfläche ein brauner Ring von Pentaquanitrosyleisen(II)-Ionen ist der Nachweis positiv.

f) Nachweis von Phosphat mit Ammoniumheptamolybdat

In einem Reagenzglas mit etwas wässriger Analysenlösung (leicht angesäuert mit 2 mol/L Salpetersäure) wird etwa doppelt so viel Ammoniumheptamolybdat-Lösung gegeben. Ein gelber Niederschlag von Ammoniummolybdophosphat zeigt einen positiven Nachweis. Die Probe ist ggf. leicht zu erwärmen, wobei eine leichte Gelbfärbung auftreten kann. Der Nachweis ist nur positiv bei Bildung eines Niederschlages!

2. Mehrstoffanalyse von S^{2-} , SO_4^{2-} , NO_3^- , PO_4^{3-} und CO_3^{2-}

Vor den Analysen ist die Probe im Mörser zu homogenisieren. Auf Sulfid- und Carbonat-Ionen kann wie beim Einzelnachweis beschrieben geprüft werden, es sind keine Störungen zu erwarten. Für die Nachweise auf Sulfat-, Nitrat und Phosphat-Ionen wird eine wässrige Lösung benötigt. Da Sulfid-Ionen in wässriger Lösung meist Störungen verursachen, sind diese mit Cadmiumacetat-Lösung vor den Nachweisreaktionen vollständig auszufällen. Die Nachweise von Sulfat-, Nitrat- und Phosphat-Ionen ist jeweils ein Teil der Analysenlösung abzunehmen und auf das jeweilige Ion zu testen.