

Grundlagen der Chemie Teil II

SS 2002

Praktikumsprotokoll

Praktikum vom 10.04.2002

- Versuch 1: Ammoniumnachweis
- Versuch 2: Mangannachweis
- Versuch 3: Nachweis von Zinn
- Versuch 4: Nachweis von Kupfer
- Versuch 5: Carbonatnachweis aus der Ursubstanz
- Versuch 6: Acetat aus der Ursubstanz
- Versuch 7: Anionennachweise aus dem Sodauszug
- Versuch 8: Analyse einer unbekannt Probe

Von:

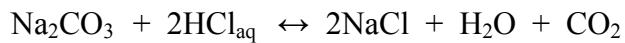
Annika Dettloff, Matrikelnr.: 200124116
Joanna Swidlinski, Matrikelnr. 200124158

Versuch 5: Carbonatnachweis aus der Ursubstanz

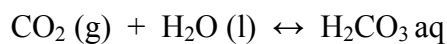
Literatur: P.W. Atkins, J.A. Beran
Chemie-Einfach alles

Theoretische Grundlagen:

Bei der Einwirkung von Säuren auf Carbonate bildet sich Kohlenstoffdioxid.

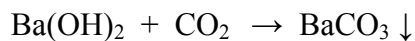


Kohlenstoffdioxid ist das Säureanhydrid der Kohlensäure, H_2CO_3 . In Wasser stellt sich das folgende Gleichgewicht ein:



Entsprechend bildet sich auch bei der oben formulierten Gleichung Kohlensäure, die allerdings instabil ist und zerfällt bzw. das Gleichgewicht in Wasser mehr zum Kohlenstoffdioxid hin verschoben ist, sich also mehr CO_2 bildet.

Um den Carbonatnachweis zu erbringen, lässt man das gebildete Kohlenstoffdioxid weiterreagieren. Es wird in eine Bariumhydroxid- Lösung geleitet, wo folgende Reaktion stattfindet:



Es handelt sich um eine Fällungsreaktion, bei der sich ein unlöslicher bzw. schwerlöslicher Niederschlag bildet, in diesem Fall Bariumcarbonat (BaCO_3). Bildet sich ein Niederschlag, ist Kohlenstoffdioxid nachgewiesen und damit entsprechend der Carbonatnachweis erbracht.

Verwendete Geräte:

Uhrglas
Reagenzgläser
U-Rohr

Verwendete Chemikalien:

6 molare Salzsäure (ätzend, reizend ; R:34-37 , S:26-36/37/39-45)
Bariumhydroxid- Lösung (gesundheitsschädlich, ätzend ; R:20/22-34, S: 26-36/37/39-45)

Versuchsdurchführung:

Man gibt etwas der festen Probe auf ein Uhrglas und fügt einige Tropfen 6 molarer Salzsäure hinzu. Es sollte ein Aufschäumen oder eine Bläschen-Bildung zu beobachten sein. Ist man sich nicht sicher, gibt man eine weitere Menge der Probe in ein Reagenzglas (1) und fügt wiederum tropfenweise Salzsäure hinzu. Das Reagenzglas (1) muss direkt verschlossen werden. In ein weiteres Reagenzglas (2) wird die Bariumhydroxid- Lösung gegeben. Das entstandene Gas in Reagenzglas (1) wird über ein U-Rohr in die Lösung geleitet.

Versuchsbeobachtungen:

Nachdem man die Salzsäure der Probe zugefügt hat, beginnt diese direkt zu schäumen und es entstehen Bläschen. Es bildet sich definitiv ein Gas. Allerdings konnte bei der, den Versuch erweiternden, Fällungsreaktion, durch einleiten des gebildeten Gases in eine Bariumhydroxid-Lösung, keine Niederschlagsbildung beobachtet werden.

Auswertung / Diskussion der Ergebnisse:

Es konnte eine starke Gasentwicklung beobachtet werden, was die Entstehung von CO_2 vermuten lässt, da aber kein Niederschlag festgestellt werden konnte, lässt sich keine genaue Aussage machen. Das ungenaue Ergebnis kann mit der Verwendung von Bariumchlorid-Lösung anstatt von Bariumhydroxid-Lösung zusammenhängen, da Bariumchlorid eventuell weniger gut geeignet ist und sich BaCO_3 nur schwer oder gar nicht bilden kann.

- Welche einwertig positiv geladenen Metallionen kennen sie?

Alle Alkalimetalle bilden einwertig positiv geladene Ionen. Sie haben jeweils ein Valenzelektron und geben dieses ab, um Edelgaszustand zu erreichen. Weitere einwertig positiv geladene Metallionen sind: Ag^+ , Au^+ , Cu^+ , In^+

- Welches Prinzip steht hinter dieser Reaktion?

Es handelt sich um eine Fällungsreaktion, bei der sich ein schwerlöslicher Niederschlag bildet. Fällungsreaktionen sind doppelte Austauschreaktionen, bei denen Atome oder Ionen ihre jeweiligen Bindungspartner tauschen.

- Welche allgemeinen Löslichkeiten lassen sich für Hydrogencarbonate und Carbonate angeben?

Carbonate sind unlösliche Verbindungen. Hydrogencarbonat auch als Bicarbonat bekannt ist ebenfalls schwer löslich.

Versuch 6: Acetat- Nachweis (Nachweis als Essigsäure)

Theoretische Grundlagen:

Zum Nachweis von Acetat nutzt man die Tatsache aus, dass das Ion das Anion der schwachen Essigsäure ist und somit ihre Alkalisalze in wässriger Lösung schwach basisch reagieren. Bekannt ist die Bildung von Acetatkomplexen und Doppelsalzen. Da bis auf wenige Ausnahmen Acetate gut in Wasser löslich sind, ist man für den Nachweis auf Farb- und Geruchsreaktionen angewiesen. Bei Zugabe einer starken Säure zur acetathaltigen Probe wird Essigsäure, nach dem Prinzip „starke Säure setzt schwache Säure frei“, freigesetzt, die an ihrem charakteristischen Geruch erkennbar ist. Acetat-Nachweise zeichnen sich durch geringe Empfindlichkeit aus. (CHCOO^- - Ionen, OAc^-)

Verwendete Geräte:

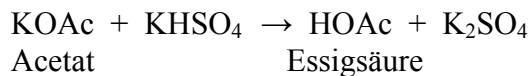
Mörser und Pistill

Verwendete Chemikalien:

Kaliumhydrogensulfat (KHSO_4) (ätzend; R: 34-37, S: 26-36/37/39-45)

Versuchsdurchführung:

Man gibt eine Spatelspitze der zu untersuchenden Substanz mit der vierfachen Menge an Kaliumhydrogensulfat (Schwefelsäure ist auch in ihrer zweiten Dissoziationsstufe noch eine sehr starke Säure) in einen Mörser und verreibt dies. Die Nase wird als Detektor verwendet.



Versuchsbeobachtung:

Beim Verreiben der Probe mit KHSO_4 im Mörser lässt sich ohne weiteres der charakteristische Geruch der Essigsäure feststellen.

Auswertung / Diskussion der Ergebnisse:

Da der Geruch der Essigsäure festgestellt werden konnte, ist der Nachweis für das Vorhandensein von Acetat erbracht.

Warum können nicht alle Anionen aus der Festsubstanz nachgewiesen werden?

Es können nicht alle Anionen nachgewiesen werden, da es sich zum einen um eine qualitative Analyse handelt, wo die Trennung der einzelnen Komponenten einer Reaktion nicht gefragt ist und zum andern die Reaktion eine Gleichgewichtsreaktion darstellt, die nicht vollständig abläuft und somit nicht alle Acetat-Ionen zu Essigsäure reagieren.

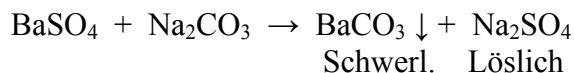
Welches prinzipielle Reaktionsschema steckt hinter dieser Reaktion?

Es handelt sich um eine Säure-Base-Reaktion, wobei das Acetat-Ion und die Essigsäure das eine konjugierende Säure-Base-Paar darstellen, KHSO_4 und K_2SO_4 das andere. Das Acetat-Ion reagiert basisch als Protonenakzeptor, während das Kaliumhydrogensulfat als Protonendonator fungiert. Dies lässt sich entsprechend auf die konjugierende Säure und Base übertragen.

Versuch 7: Anionennachweise aus dem Sodaauszug

Theoretische Grundlagen:

Die Extraktion der zu untersuchenden Substanz mit Sodalösung ist in Hinblick auf die Anionenanalytik günstig. Im Filtrat, dem sog. Sodaauszug, lassen sich unter anderem Sulfat, Phosphat und Nitrat finden. Besonders vorteilhaft ist, dass einige die Nachweise störende Kationen, z.B. Ba^{2+} für den Sulfatnachweis, mit Soda in schwerlösliches $BaCO_3$ (Carbonatanteil der Soda) überführt und dann abfiltriert werden können. Die Lösung enthält dann die löslichen Na-Salze der nachzuweisenden Anionen, plus eventuelle K-Salze, außerdem das zugesetzte Natriumcarbonat. Das Carbonat muss deswegen immer aus der Ursubstanz nachgewiesen werden.



Verwendete Geräte:

Becherglas

Glasstab

Reagenzgläser

Pasteurpipetten

Bunsenbrenner

Vierfuß mit Ceranplatte

Verwendete Chemikalien:

Natriumcarbonat (Na_2CO_3) (reizend, R:36; S:22-26)

2m Salpetersäure (HNO_3) (ätzend, R:35; S:23-26-37/39-45)

Silbernitratlösung ($AgNO_3$) (ätzend, R:34; S: 26-45)

2m Salzsäure (HCl) (reizend, R:36/37/38; S:26)

Bariumhydroxid-Lösung ($Ba(OH)_2$) (gesundheitsschädlich, R:20-22; S:28.1)

Eisensulfat-Lösung ($FeSO_4$) (gesundheitsschädlich, R: 22; S:24/26)

Konzentrierte Schwefelsäure (H_2SO_4) (ätzend, R:35; S: 26-30-45)

Ammoniummolybdat ($(NH_4)_6Mo_7O_{24}$)

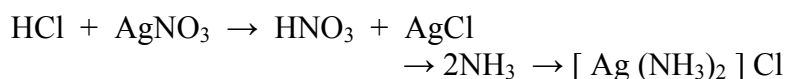
Ammoniaklösung (NH_3) (ätzend, reizend, R:34-37; S: 7-26-36/37/38-45)

Versuchsdurchführung:

Die feste, in Wasser lösliche Substanz wird mit dreimal soviel Soda und $x/10$ ml Wasser versetzt und 10 min. bis zum Sieden erhitzt. Entsteht ein Niederschlag wird dieser abfiltriert. Hierbei reicht ein Abdekantieren. Die Lösung ist der Sodaauszug.

a) Nachweis von Cl^- , Br^- , I^-

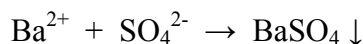
Um die aufgeführten Anionen nachzuweisen wird der Sodaauszug zunächst mit Salpetersäure angesäuert, um dann mit 0,5 molarer Silbernitratlösung versetzt zu werden. Die verschiedenen Anionen lassen sich zunächst durch die entstehenden Niederschläge unterscheiden und werden dann über die Löslichkeit des Niederschlags in Ammoniaklösung weiter differenziert. Da die Löslichkeit in schwacher und konzentrierter Ammoniaklösung unterschiedlich ist, sollte die Probe zunächst mit verdünnter Ammoniaklösung versetzt werden und wenn ein Niederschlag erhalten bleibt, wird dieser mit konzentrierter Ammoniaklösung versetzt. Chlorid- und Bromidionen gehen mit Ammoniak unter Komplexbildung wieder in Lösung.



Komplex

b) Nachweis von SO_4^{2-}

Zum Nachweis von Sulfationen wird der Sodauszug zunächst mit HCl leicht angesäuert. Dadurch wird ggf. vorliegendes Carbonat als CO_2 ausgetrieben. Anschließend tropft man eine Bariumchloridlösung hinzu. Die dick, weiße Niederschlagsbildung ist daraufhin eindeutig.



c) Nachweis von NO_3^-

Reagenz ist eine frisch zubereitete, kalt gesättigte Eisensulfat-Lösung, die aussteht. Die Analysesubstanz wird mit verdünnter Schwefelsäure schwach angesäuert, mit der FeSO_4 -Lösung versetzt und vorsichtig mit konzentrierter Schwefelsäure unterschichtet. Hierzu lässt man die Säure vorsichtig am Reagenzglasrand herabfließen. An der Berührungsfläche bildet sich je nach der NO_3^- -Konzentration ein violetter bis braunschwarzer Ring von $[\text{Fe}(\text{H}_2\text{O})_5\text{NO}]\text{SO}_4$. NO_3^- wird zu NO reduziert, das mit überschüssigen FeSO_4 reagiert. Bei kleinen Substanzmengen kann man die Reaktion auch an einem mit konzentrierter Schwefelsäure befeuchteten FeSO_4 -Kristall durchführen.

d) Nachweis von PO_4^{3-}

Es werden 0,5 ml der zu untersuchenden Substanz in einem Reagenzglas mit 1 ml 2 molarer HNO_3 und 1 ml 0,5 molarem Ammoniummolybdat ($(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$) versetzt. Es sollte eine Bildung von kanariengelbem Niederschlag $[(\text{NH}_4)_3\text{P}(\text{Mo}_{12}\text{O}_{40})] \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ zu beobachten sein, wobei hierzu oft eine Erwärmung von ca. 40°C nötig sein kann. Der Niederschlag ist in Phosphatlösungen, Alkalilaugen und Ammoniak löslich.

Versuchsbeobachtungen:

Zu a)

Beim Chlorid-Nachweis lässt sich ein käsiger weißer Niederschlag beobachten, der sich in Ammoniak wiederum löst.

Der Bromid-Nachweis zeigt einen schwach gelben Niederschlag, der sich in konzentrierter Ammoniaklösung löst.

Beim Jodid-Nachweis lässt sich ein käsiger gelber Niederschlag feststellen, der nicht weiter löslich ist.

Zu b)

Beim Sulfat-Nachweis ist, wie beschrieben, ein dicker, weißer Niederschlag zu beobachten.

Zu c)

Der Versuch wurde bei der Analyse der unbekannt Probe durchgeführt.

Zu d)

Es konnte kurz ein gelber Niederschlag an der Oberfläche beobachtet werden, der sich jedoch schnell auflöste und die Lösung daraufhin in ein dunkles grün umschlug, das sich fast schwarz färbte.

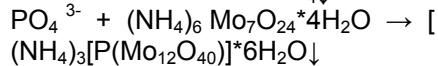
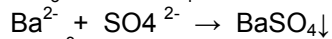
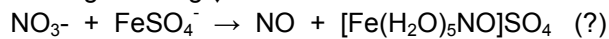
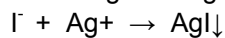
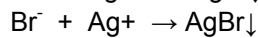
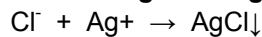
Auswertung:

Die Chlorid-, Bromid- und Jodid-Nachweise waren ohne Störungen durchzuführen und durch den zusätzlichen Nachweis auf die Löslichkeit des Niederschlags auch sehr genau. Der Sulfat-

Nachweis war entsprechend unempfindlich, während sich bei Phosphat eine nicht zu erklärende grüne Verfärbung einstellte. Die Probe muss verunreinigt gewesen sein, da sich auch bei einer zweiten Durchführung eine entsprechende Verfärbung der Lösung bildete.

	Aussehen der Probe	Farbe des Niederschlags	Verhalten gegenüber Säuren und Laugen
Chlorid	weiß, kristallin	käsige weiß	löst sich unter Komplexbildung in Laugen
Bromid	weiß, kristallin	schwach gelb	löst sich unter Komplexbildung in Laugen
Jodid	weiß, kristallin	käsige gelb	unlöslich in Laugen
Nitrat	weiß, kristallin	brauner Ring	fällt mit H_2SO_4 als NO aus
Sulfat	weiß, kristallin	dick, weiß	
Phosphat	weiß, kristallin	kanariengelb	löst sich in Säuren

Reaktionsgleichungen



Versuch 8: Analyse einer unbekannt Probe

Theoretische Grundlagen und Versuchsdurchführungen siehe Versuche 1-7.

Versuchsbeobachtungen:

Aussehen der Probe: weiß, pulvrig

Geruch: Ammoniak – ähnlich

Flammenfärbung: Es ist eine gelbe Flamme zu beobachten, somit ist Natrium nachgewiesen. Aufgrund der starken Gelbfärbung des Natriums ist das, laut Angabe, ebenfalls enthaltene Kalium nicht zu erkennen gewesen.

Ammoniumnachweis: Der Nachweis war positiv, das pH-Papier hat sich blau verfärbt, NH_4^+ ist somit nachgewiesen.

Verhalten gegenüber Säuren und Laugen: Bei Zugabe von Salzsäure beginnt die Probe zu schäumen, es entsteht ein Gas, was auf Carbonat hinweist.

Anionennachweise: Arbeitet man mit dem Sodauszug, bildet sich nach Zugabe von Silbernitrat ein gelber Niederschlag, der in Ammoniak-Lösung schwerlöslich ist. Somit ist der Nachweis für Jodid-Ionen erbracht. Stellt man eine wässrige Lösung aus der Ursubstanz her und versetzt den durch Zugabe von Silbernitrat entstandenen Niederschlag mit verdünnter Ammoniaklösung, löst sich kaum erkennbar ein Teil des Niederschlags. Dies deutet auf Cl^- -Ionen hin. Gibt man nun noch zusätzlich konzentrierte Ammoniaklösung hinzu, löst sich der Niederschlag fast gänzlich auf, womit Br^- -Ionen nachgewiesen sind. Beim Nachweis von Phosphat-Ionen entsteht erneut eine nicht zu erklärende grüne Verfärbung, die aber laut Angabe Phosphat-Ionen nachweist.

Nachgewiesene Anionen/Kationen: Na^+ , K^+ , NH_4^+ , Br^- , Cl^- , I^- , PO_4^{3-} , CO_3^{2-}

Auswertung:

Welche Ionen können aus dem Sodaauszug nachgewiesen werden?

Aus dem Sodaauszug können Bromid-, Chlorid-, Jodid-, Nitrat-, Sulfat- und Phosphat- Ionen nachgewiesen werden.

Nennen sie Anionen, die aus der Festsubstanz nachgewiesen werden.

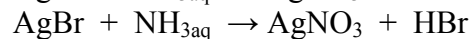
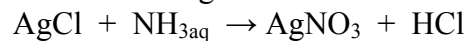
Das Acetat-Ion wird aus der Festsubstanz nachgewiesen, genauso wie Mangan.

Mit welchem Reagenz werden die Halogenide ausgefällt?

Die Halogenide Brom, Chlor, Jod werden mit Silbernitratlösung ausgefällt und damit nachgewiesen.

Nennen Sie ein Reagenz, mit dem sie die Silberhalogenide lösen können und geben sie die Reaktionsgleichung an.

Die Silberhalogenide von Brom und Chlor lösen sich mit Ammoniak.



Welches Salz wird beim Nitratnachweis zugegeben?

Es wird eine Eisensulfat-Lösung hinzugegeben.

Was stört den Nachweis?

Störend für den Nitratnachweis sind Kationen (bei Sulfat Ba^{2+} , bei Halogeniden Ag^+). Diese reagieren aber durch den Sodaauszug [in schwerlösliches BaCO_3 (Carbonatanteil der Soda) bzw. AgOH (stark basisches Eigenschaften der Soda)] und können abfiltriert werden.

Die Antworten auf die nicht beantworteten Fragen finden sich in den jeweiligen theoretischen Grundlagen des Versuchs wieder.