

# Chemie Praktikum Protokoll

Seminartag 5, 6, 7

## Qualitative Analyse

Michael Schlagmüller

10. Februar 2006

### 1 Spektralanalyse

Die Spektralanalyse wird im Praktikum mittels Flamm-spektroskopie durchgeführt. Dazu wird die zu analysierende Substanz auf ein ausgeglühtes Magnesiastäbchen gebracht und in die Flamme gehalten. Durch die thermische Anregung können die zu analysierenden Stoffe atomisiert werden.

Die Elektronen von einem Atom können nach der Quantenphysik nur ganz bestimmte Werte annehmen, die spezifisch für jedes Atom sind. Dieser Effekt wird ausgenutzt indem man Elektronen der Atome in höhere Energiezustände bringt durch die thermische Energie der Flamme. Beim Zurückfallen in den Grundzustand werden dann Photonen mit definierten Frequenzen ausgestrahlt: ( $c$ : Lichtgeschwindigkeit,  $\nu$ : Frequenz,  $h$ : Plancksche Wirkungsquant)

$$\lambda = \frac{c}{\nu} = \frac{c \cdot h}{\Delta E}$$

Die entstehenden Photonen werden nun im Spektrometer nach Wellenlänge getrennt und somit entsteht für jedes Element ein spezifisches Bild im Spektrometer.

### Versuchsdurchführung

Zuerst wurden alle Referenzlösungen mit dem Spektrometer erfasst, danach mit unserer Analyselösung verglichen. Die von uns untersuchte Substanz war Natrium ( $Na$ ) mit Calcium ( $Ca$ ). Natrium war einfach zu erkennen an der deutlichen und langanhaltenden Gelbfärbung der Flamme. Calcium dagegen leuchtete wesentlich schwächer und durch das

Spektrometer konnte nur die rote Linie wahrgenommen werden. Beim Vergleich der Flammen der Probesubstanzen war dann aber doch eine Ähnlichkeit von Calcium zu unserer Probe zu erkennen.

## 2 Chromatographie

Mit Hilfe chromatographischer Verfahren werden Stoffgemische getrennt. Bei chromatographischen Verfahren nutzt man die unterschiedliche Verteilung der Komponenten eines Stoffgemisches zwischen zwei Phasen aus. Dabei wird die sog. stationäre (ruhende) Phase von einer mobilen (beweglichen) Phase durchwandert. Die in der mobilen Phase gelösten Stoffe werden von der stationären Phase in unterschiedlichem Maße aufgehalten, wodurch schließlich die Trennung erfolgt: ein ständiger Wechsel zwischen Absorption und Desorption.

Beim bei uns verwendeten Verfahren handelt es sich um die Papier-Chromatographie. Die stationäre Phase ist der Wasserfilm auf dem Papier, als Laufmittel für die mobile Phase wurde von uns n-Butanol(70%) und 3,5M Salzsäure (30%) verwendet. Das Trennprinzip besteht in der unterschiedliche Verteilung der Komponenten des Gemisches zwischen der stationären Phase und der mobilen Phase aufgrund der unterschiedlichen Löslichkeit der Stoffe.

### Versuchsdurchführung

Das Chromatographiepapier wurde vorbereitet: die Startlinie gezogen und die Vergleichslösungen sowie die Analysesubstanz aufgebracht. Danach wurde das fertige Papier in ein Glas mit Laufmittelgemisch gestellt und die verschiedenen Elemente bewegten sich langsam nach oben. Nach ca 20 Minuten waren die Stoffe deutlich voneinander getrennt, das Papier wurde entnommen und die Laufmittelfront markiert und getrocknet. Danach wurde das Papier mit einer Indikatorlösung für unsere Elemente besprüht, um eine farbliche Unterscheidung der Elemente zu erreichen.

Meine Analyselösung beinhaltete Palladium (*Pd*) und Gold (*Au*).

Element	Rf-Wert
Rh	0,21
Pd	0,61
Pt	0,75
Au	0,86

### 3 Qualitative Analyse

Mit Hilfe der qualitativen Analyse wird versucht, verschiedene Ionenarten in einer wässrigen Lösung nachzuweisen. Man benutzt dabei spezifische Reaktionen, die es ermöglichen, auf die Zusammensetzung des Gemisches chemischer Verbindungen zu schließen.

Als Nachweis können dienen:

- Bildung von leicht identifizierbaren Gasen (Wasserstoff, Sauerstoff, Kohlendioxid)
- Bildung von schwerlöslichen Niederschlägen
- Bildung farbiger Verbindungen

Am Versuchstag 6 war meine Haushaltschemikalie Marmor ( $CaCO_3$ ).

Am Versuchstag 7 war in meiner Analysesubstanz folgende Stoffe enthalten:

Anionen: Carbonat ( $CO_3^{2-}$ ), Sulfat ( $SO_4^{2-}$ ), Nitrat ( $NO_3^-$ )

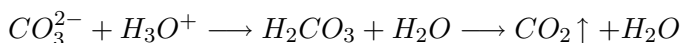
Kationen: Ammonium ( $NH_4^+$ ), Lithium ( $Li^+$ ), Nickel ( $Ni^{2+}$ ), Kupfer ( $Cu^{2+}$ )

#### 3.1 Anionennachweisreaktionen

##### Carbonat ( $CO_3^{2-}$ )

Die Ursubstanz wird mit etwas  $HCl$  beträufelt. Kommt es dabei zu einem Aufschäumen, so deutet dies auf die Entstehung von  $CO_2$  hin, was darauf schließen lässt, dass Carbonat enthalten ist.

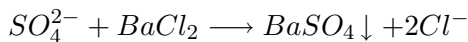
*Reaktionsgleichung*



##### Sulfat ( $SO_4^{2-}$ )

Sulfat wird mit einer Bariumchloridlösung als weißer Niederschlag ausgefällt. Man muss vorher allerdings mit  $HCl$  ansäuern, um andere schwerlösliche Bariumsalze, die ebenfalls ausfallen würden, wieder in Lösung zu bringen.

*Reaktionsgleichung*

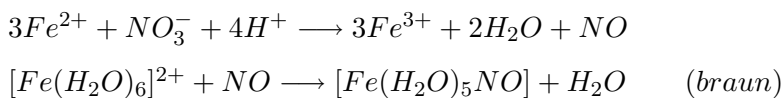


### **Nitrat ( $NO_3^-$ )**

Als Nachweis dient hier die sogenannte Ringprobe:

Etwas Ursubstanz wird in verdünnter Schwefelsäure in einem Reagenzglas gelöst und mit  $FeSO_4$ -Lösung versetzt. Dann lässt man konzentrierte Schwefelsäure langsam am inneren Rand des Glases hinunterlaufen. An der Grenzfläche zwischen konzentrierter und verdünnter Schwefelsäure bildet sich nun, wenn Nitrat vorhanden ist, ein brauner Ring.

*Reaktionsgleichung*



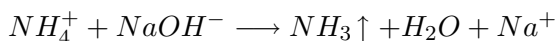
Schwefelsäure liefert hier Protonen und wirkt gleichzeitig wasserentziehend.

## **3.2 Kationennachweisreaktionen**

### **Ammonium ( $NH_4^+$ )**

Man löst etwas Ursubstanz zusammen mit einer  $NaOH^-$  Perle in einem Reagenzglas in Wasser auf und hält ein angefeuchtetes pH- Papier darüber, das sich blau färbt, wenn Ammoniak aufsteigt.

*Reaktionsgleichung*



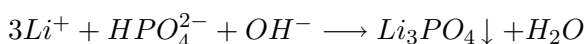
Die stärkere Base vertreibt  $NH_3$ .

### **Lithium ( $Li^+$ )**

Fällung als Lithiumphosphat:

Bei der Zugabe von Hydrogenphosphat ( $HPO_4^{2-}$ ) fällt Lithiumphosphat als weißer Niederschlag aus. Voraussetzung ist allerdings dass man im alkalischen arbeitet, da sonst nichts ausfällt, und dass die Lösung erhitzt wird, um die Reaktion zu beschleunigen. Bildet sich vorher schon ein Niederschlag, so kann es sich auch um ein Hydroxid handeln. Magnesium stört ebenfalls und sollte vorher mit  $NaOH$  als  $Mg(OH)_2$  ausgefällt werden.

*Reaktionsgleichung*



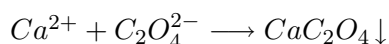
Bei meinem Versuch blieb die Fällung von weißem Niederschlag aus, durch die Flammfärbung hätte man allerdings auf Lithium schließen können.

### **Calcium ( $Ca^{2+}$ )**

Fällung als Calciumoxalat:

Man löst die Ursubstanz in ammoniakalischem oder schwach essigsaueren Milieu und gibt  $C_2O_4^{2-}$  hinzu. Nun sollte es bei Anwesenheit von Calcium zu einem Niederschlag kommen. Die Lösung darf auf keinen Fall zu alkalisch sein, weil sonst Calciumhydroxid ausfällt.

*Reaktionsgleichung*

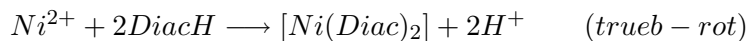


### **Nickel ( $Ni^{2+}$ )**

Fällung als Nickel- Diacetyldioxim:

In ammoniakalischer Lösung bildet Diacetyldioxim mit  $Ni^{2+}$  ein rotes, schwerlösliches inneres Komplexsalz. Der Ammoniak ist nötig, um die 2 auf der Produktseite anfallenden Protonen aufzunehmen. Ist  $Fe^{3+}$  anwesend, so fällt es als Eisenhydroxid aus und muss erst abzentrifugiert werden, weil sonst der Ni- Diac- Niederschlag nicht eindeutig zu erkennen ist.

*Reaktionsgleichung*



### **Kupfer ( $Cu^{2+}$ )**

Kupferionen reagieren mit Ammoniak und bilden eine blauen Komplex

*Reaktionsgleichung*

