



TECHNISCHE UNIVERSITÄT
CHEMNITZ

CHEMISCHES GRUNDPRAKTIKUM

Protokoll
«CfP1 - Vorprobenreaktionen»

Martin Wolf

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

Betreuerin: Frau Sachse

Datum: 07.04.2006
8:00 Uhr bis 12:00 Uhr

Unterschrift, Martin Wolf

1 Allgemeine Grundlagen

Eine qualitative Analyse beginnt stets mit Vorproben, aus denen man im allgemeinen wichtige Hinweise auf die Zusammensetzung der zu untersuchenden Substanz erhält und häufig bereits eindeutige Schlüsse für weiterführende analytische Arbeiten ziehen kann. Man darf sich aber niemals mit dem Ergebnis der Vorproben allein begnügen, sondern muss, um sicher zugehen, die verschiedenartigen Reaktionen durchführen, ehe man sich auf die An- und Abwesenheit eines stofflichen Bestandteils festlegt.

Folgende vier Vorprobenreaktionen sollen in diesem Versuch durchgeführt werden:

1. Flammenfärbung
2. Perlenprobe
3. Erhitzen im Glühröhrchen
4. Oxidationsschmelze

2 Durchführung des Experimentes – Messwerte

2.1 Flammenfärbung

Es sind Flammenfärbungen und Linienspektren der Metallionen folgender Salze zu beobachten: Lithium-, Natrium-, Kalium-, Calcium-, Strontium-, Barium- und Kupfer(II)-chlorid.

Die Tabelle 1 zeigt die dafür aufgenommenen Messwerte:

Stoff	Flammenfarbe	Spektrallinien
LiCl	Rot	Rot (670,8nm; 610,3nm)
NaCl	Gelb	Gelb (589nm)
KCl	Gelb (mit Kobaltglas: Violett)	Blau (768,2nm; 404,4nm)
CaCl ₂	Dunkelorange	Rot (622,0nm), Orange (553,3nm)
SrCl ₂	Dunkelrot	Rot (635-686nm; 604,5nm; 460,7nm)
Ba(NO ₃)	Grün	Grün (524,2nm; 513,9nm)
CuCl	Grünblau	Kontinuierlich Grün, Blau

Tabelle 1: Messwerte Flammenfärbung

2.2 Perlenprobe

Es sind die Boraxperlen von folgenden Schwermetallsalzen in der Oxidations- als auch in der Reduktionszone der Brennerflamme herzustellen: Kupfer(II)-sulfat, Kobalt(II)-nitrat, Mangan(II)-sulfat, Nickel(II)-chlorid und Chrom(III)-sulfat.

Die Tabelle 2 zeigt die dafür aufgenommenen Messwerte:

Stoff	Oxidationszonenfarbe	Reduktionszonenfarbe
CuSO ₄	Grün, Türkis	Rotbraun
Co(NO ₃)	Dunkelblau	Dunkelblau
MnSO ₄	Braun, Violett	Braun
NiCl ₂	Braun	Grau
CrCl ₃	Dunkelgrün	Dunkelgrün, Grau

Tabelle 2: Messwerte Perlenprobe

2.3 Erhitzen im Glühröhrchen

Folgende Stoffe sind spatelspitzenweise im Glühröhrchen zu erhitzen: Kupfer(II)-nitrat-Pentahydrat, Natriumsulfat-Dekahydrat und Ammoniumsulfat. Gebildete Wassertröpfchen sind dabei mittels Unitestpapier auf deren pH-Wert zu untersuchen.

Die Tabelle 3 zeigt die dafür aufgenommenen Messwerte:

Stoff	Farbe des entwickelten Gases	Unitestfärbung	ph-Wert
$\text{Cu}(\text{NO}_3)_2$	Braun	Orange	5
Na_2SO_4	Farblos	Gelb	7
$(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$	Farblos	Dunkelgrün	12

Tabelle 3: Messwerte Glühröhrchen

2.4 Oxidationsschmelze

Die Oxidationsschmelze ist geeignet, die Elemente Mangan und Chrom zu erkennen, die in den höheren Oxidationsstufen intensiv gefärbte Verbindungen bilden.

Zu diesem Zweck vermischt man eine Spatelspitze Mangan(II)-sulfat bzw. Chromstein mit der 3-6fachen Menge einer Soda-Salpeter-Mischung und erhitzt anschließend das gesamte Substanzgemisch in einer Magnesiumrinne so lange auf Rotglut, bis die Gasentwicklung beendet ist bzw. die Schmelze durchgehend flüssig ist.

Mangan gibt sich durch eine blaugrüne, sich allmählich entfärbende Schmelze zu erkennen. Chromhaltige Verbindungen bilden einen gelben Schmelzkuchen.

Die Tabelle 4 zeigt die dafür aufgenommenen Messwerte:

Stoff	Farbe der Schmelze
MnO_2	Blaugrün, Türkis
Cr_2O_3	Gelb

Tabelle 4: Messwerte Oxidationsschmelze

3 Auswertung

3.1 R- und S-Sätze der verwendeten Stoffe

Die Tabelle 5 zeigt die R- und S-Sätze der verwendeten Stoffe.

Stoff	R-Sätze	S-Sätze
Lithiumchlorid LiCl	22-36/37/38	26-36
Natriumchlorid NaCl	—	—
Kaliumchlorid KCl	—	—
Calciumchlorid CaCl ₂	36	2-22-24
Strontiumchlorid SrCl ₂	—	—
Bariumchlorid BaCl ₂	20-25	1/2-45
Kupfer(II)-Chlorid CuCl	22-36/37/38	2-26
Kupfer(II)-Sulfat CuSO ₄	22-36/38	2-22
Kobalt(II)-Nitrat Co(NO ₃) ₂	8-36/37/38-43	17-26-36/37
Mangan(II)-Sulfat MnSO ₄	48/20/22	2-22
Nickel(II)-Chlorid NiCl ₂	25-43	24-37-45
Chrom(III)-Chlorid CrCl ₃	22-36/37/38	26-36
Kupfer(II)-Nitrat-Pentahydrat Cu(NO ₃) ₂ ·5H ₂ O	22-36/38	—
Natriumsulfat-Dekahydrat Na ₂ SO ₄ ·10H ₂ O	—	—
Ammoniumsulfat (NH ₄) ₂ SO ₄	—	—
Ammoniak NH ₃	10-23-34-50	1/2-16-26-36/37/39-38-45-61-9
Chromalaun	—	—
Salpeter	8	16-41
Soda	36	1/2-22-26
Stickstoffdioxid NO ₂	26-34	1/2-26-28-36/37/39-45-9
Manganoxid MnO ₂	20/22	2-25
Chromoxid Cr ₂ O ₃	—	—
Borax	22	—

Tabelle 5: R- und S-Sätze der verwendeten Stoffe

3.2 Zustandekommen der Flammenfärbung

Alle Elemente senden bei hohen Temperaturen Licht aus, doch für Elemente, die eine Flammenfärbung aufweisen, geschieht dies schon bei den Temperaturen, die in einer Flamme herrschen.

Die äußersten Elektronen (Valenzelektronen) eines Atoms werden durch Zufuhr von Wärmeenergie (die in diesem Fall durch eine Verbrennung entsteht) auf ein vom Atomkern „weiter entferntes“, nicht von Elektronen besetztes Energieniveau, in einen angeregten Zustand,

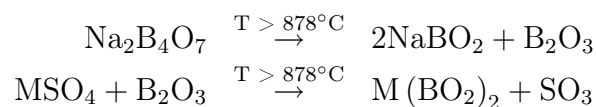
gehoben. Diese Elektronen besitzen nun eine höhere „potentielle“ Energie. Die negativ geladenen Elektronen fallen aber meist in Sekundenbruchteilen wieder auf ein energieärmeres Energieniveau zurück. Die beim Zurückfallen frei werdende Energie wird als Photon (Lichtteilchen) abgegeben. Man spricht von einem „Quant“. Es ist durch eine genau definierte Energie und somit auch mit einer einzigen Wellenlänge gekennzeichnet.

Das Zurückfallen der Elektronen auf energieärmere Energieniveaus kann auch stufenweise erfolgen. Bei jedem Zurückfallen dieses Elektrons auf ein energieärmeres Energieniveau gibt es nun Licht einer ganz bestimmten Farbe ab.

Weist ein Element eine spezifische Flammenfärbung auf, dann weisen auch viele seiner Ionen in Verbindungen diese Flammenfärbung auf.

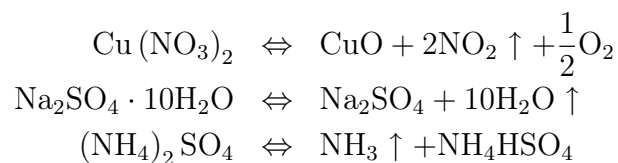
3.3 Reaktionen zur Bildung der Boraxperle

Borax bildet in reinem Zustand farblose Kristalle, welche beim Erhitzen auf 350°-400°C in wasserfreies Natriumtetraborat $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$ übergehen. Die glasartige Schmelze des Tetraborats (Fp.: 878°C) vermag viele Metalloxide unter Bildung charakteristisch gefärbter Metaborate aufzulösen.



M = Fe, Co, Ni, Cu, Mn, Cr

3.4 Thermische Dissoziation im Glühröhrchen

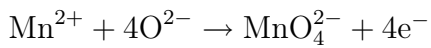


Unitestpapier reagiert auf säure und basische Stoffe. Bei der thermischen Zersetzung des Natriumsulfates entsteht Wasserdampf, der neutral ist (keine Färbung von Unitest). Bei Kupfernitrat entsteht ein gasförmiges braunes Nitrat, was für seine saure Eigenschaft bekannt ist (Unitest färbt sich Orange bis Rot). Bei Ammoniumsulfat entsteht Ammoniak, welches basisch ist, sodass sich Unitest grün verfärbt.

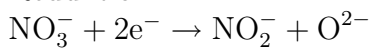
3.5 Reaktionsgleichungen bei der Oxidationsschmelze

3.5.1 Mangan(II)-sulfat

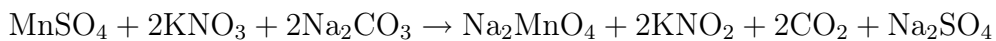
Oxidation:



Reduktion:

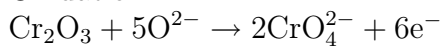


Gesamtreaktion mit Natriumcarbonat:

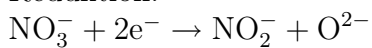


3.5.2 Chromstein

Oxidation:



Reduktion:



Gesamtreaktion mit Natriumcarbonat:

