



TECHNISCHE UNIVERSITÄT
CHEMNITZ

CHEMISCHES GRUNDPRAKTIKUM

Protokoll

«CfP2 - Anionenreaktionen und Vorprobenanalyse»

Martin Wolf

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

Betreuerin: Frau Sachse

Datum: 21.04.2006
8:00 Uhr bis 12:00 Uhr

Unterschrift, Martin Wolf

1 Allgemeine Grundlagen

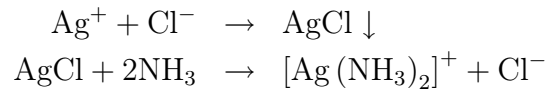
Im systematischen Gang zu einer qualitativen Analyse schließen sich in der Regel nach den Vorprüfungen Versuche zur Lösung der Analysesubstanz und der Anionennachweis an, da sich häufig aus der Kenntnis der Anionen und der Art des verwendeten Lösungsmittels die Abwesenheit mancher Kationen eindeutig ergibt.

Dieser Versuch soll dazu dienen die wichtigen Säurerestionen Chlorid (Cl^-), Sulfat (SO_4^{2-}), Carbonat (CO_3^{2-}) und Nitrat (NO_3^-) eindeutig zu erkennen.

2 Durchführung des Experimentes – Messwerte

2.1 Chloridionen

Etwa 1ml Natriumchloridlösung (NaCl) wird mit 2-3 Tropfen verdünnter Salpetersäure (HNO₃) angesäuert und mit einigen Tropfen Silbernitratlösung (AgNO₃) versetzt. Man dekantiert vom Niederschlag und behandelt diesen mit Ammoniakwasser (NH₃·H₂O).

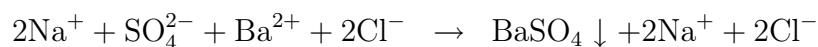


Beobachtung:

Es entsteht ein weißer, käsiger Niederschlag. Nach Zugabe des Ammoniakwassers löst sich dieser wieder auf und die Trübung der Lösung verschwindet.

2.2 Sulfationen

Etwa 1ml Natriumsulfatlösung (Na₂SO₄) säuert man mit 2-3 Tropfen Salzsäure (HCl) an und versetzt anschließend mit wenigen Tropfen Bariumchloridlösung (BaCl₂).



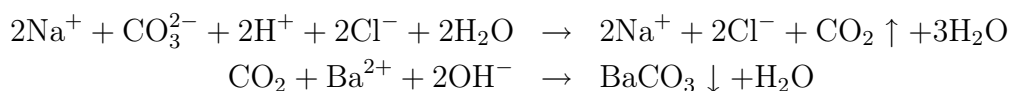
Beobachtung:

Es entsteht ein weißer, milchiger Niederschlag.

2.3 Carbonationen

2.3.1 mit Salzsäure

Etwa 1ml Natriumcarbonatlösung (Na₂CO₃) versetzt man mit etwas Salzsäure (HCl). In die Reagenzglasöffnung hält man einen mit Barytwasser (Ba(OH)₂) befeuchteten Glasstab.

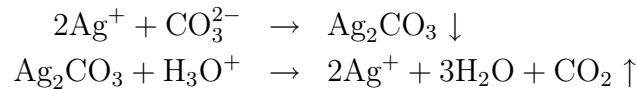


Beobachtung:

Es kommt zur Gasentwicklung. Der in Barytwasser getränkte Glasstab trübt sich weiß.

2.3.2 mit Silbernitratlösung

Etwa 1ml Natriumcarbonatlösung (Na_2CO_3) versetzt man mit wenigen Tropfen Silbernitratlösung (AgNO_3). Dann säuert man mit verdünnter Salpetersäure (HNO_3) an.

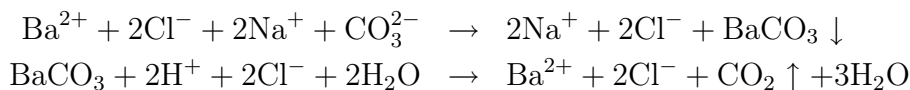


Beobachtung:

Es entsteht ein weiß-gelblicher Niederschlag. Nach Zugabe der Salpetersäure kommt es zur Gasentwicklung und der Niederschlag löst sich auf.

2.3.3 mit Bariumchloridlösung

Zu etwa 1ml Natriumcarbonatlösung (Na_2CO_3) gibt man einige Tropfen Bariumchloridlösung (BaCl_2) und säuert mit verdünnter Salzsäure (HCl) an.

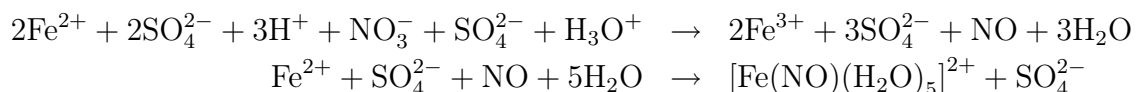


Beobachtung:

Es entsteht ein weißer, milchiger Niederschlag. Nach Zugabe der Salzsäure kommt es zur Gasentwicklung und der Niederschlag löst sich auf.

2.4 Nitrationen

Zu etwa 2ml einer kaltgesättigten Lösung von Eisen(II)-sulfat (FeSO_4) gibt man 2 Tropfen verdünnte Schwefelsäure (H_2SO_4) und 3-5 Tropfen einer Natriumnitratlösung (NaNO_3). In das schräggehaltene Reagenzglas lässt man dann langsam etwa 1ml konzentrierte Schwefelsäure (H_2SO_4) an der Wandung einlaufen. Infolge ihrer höheren Dichte setzt sich die Schwefelsäure unter der Lösung ab und an der Grenzfläche entsteht ein violetter bis brauner Ring („Ringprobe“).



Beobachtung:

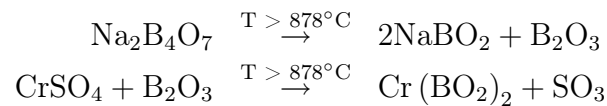
Es entsteht ein brauner Ring an der Grenzfläche zwischen der Schwefelsäure und der Eisen(II)-sulfatlösung.

2.5 Vorprobenanalyse

Es wurde hier die Probe mit der Nummer 1 untersucht. Diese Probe war ein grün-weiß-körniger, geruchloser, kristalliner Feststoff. Dieser löste sich in Wasser und ergab eine grün-gefärbte Lösung.

2.5.1 Boraxperle

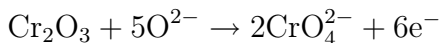
Die entstandene Boraxperle besaß in der Oxidationszone der Brennerflamme eine grün-türkisene Färbung. In der Reduktionszone hingegen eine grau-grüne Färbung. Dies ist ein Hinweis auf eventuelle Chrom-Anteile in der Probe. Deshalb wurde eine Oxidationsschmelze durchgeführt.



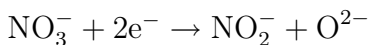
2.5.2 Oxidationsschmelze

Bei der Oxidationsschmelze entstand ein gelber Schmelzkuchen, der ein Nachweis von Chrom in der Probe darstellt.

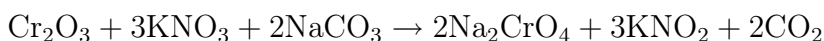
Oxidation:



Reduktion:



Gesamtreaktion mit Natriumcarbonat:



2.5.3 Flammenfärbung

Da möglicherweise noch weitere Kationen in der Probensubstanz enthalten sind, wurde ebenfalls eine Flammenfärbungsuntersuchung durchgeführt. Durch Vergleichsmessungen mit Referenzproben konnte dadurch das Element Strontium nachgewiesen werden. Die Flammenfarbe war dabei dunkelrot mit mehreren roten Spektrallinien.

2.5.4 Ergebnis der Vorprobenanalyse

Die untersuchte Probe Nummer 1 enthält folgende Elemente:

1. Chrom Cr^{2+}
2. Strontium Sr^{2+}

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
Bariumcarbonat BaCO_3	22	2-24/25
Bariumhydroxid Ba(OH)_2	20/24-34	26-36/37/38-45
Eisen(II)-sulfat FeSO_4	22	24/25
Natriumcarbonat Na_2CO_3	36	1/2-22-26
Natriumnitrat NaNO_3	8	16-41
Salpetersäure HNO_3	35	1/2-23.2-26-36-45
Salzsäure HCl	2-28	36/37/38
Schwefelsäure H_2SO_4	35	1/2-26-30-45
Silbernitrat AgNO_3	34	1/2-26-45

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

3.2 Bedeutung des Ansäuerns bei den Versuchen 2.1 und 2.2

In den Versuchen 2.1 und 2.2 wurde angesäuert, damit sich die Reaktionen mit denen aus den Versuchen 2.3.2 und 2.3.3 unterscheiden.

Chloridionen und Carbonationen reagieren beide mit Silbernitrat unter Bildung von weißem Niederschlag. Wenn aber Salpetersäure in die Lösung gegeben wird, löst sich der Niederschlag bei Carbonationen wieder auf. Die Lösung mit den Chloridionen behält jedoch ihren Niederschlag.

Sulfationen und Carbonationen reagieren mit Bariumchlorid zu einer trüb-milchigen Lösung. Wenn man Salzsäure hinzugibt, wird die Lösung mit den Carbonationen klar, während die Lösung mit den Sulfationen unverändert bleibt. Somit kann man die Carbonat-, Sulfat- und Chloridionen voneinander unterscheiden.