

Qualitative Analyse

13. Versuch:

Typische Reaktionen einiger biologisch relevanter Kationen und Anionen

Grundreagenzien qualitative Anorganische Analyse

Herstellung der Lösungen und Aufteilung auf sieben Arbeitsplätze:

- konz Salzsäure (40 mL / Arbeitsplatz)
- konz. Schwefelsäure (40 mL / Arbeitsplatz)
- konz. Salpetersäure (40 mL / Arbeitsplatz)
- verd. Salzsäure (70 mL konz. + 280 mL Wasser) (40 mL / Arbeitsplatz)
- verd. Ammoniak (140 mL konz. Ammoniak + 210 mL Wasser) (40 mL / Arbeitsplatz)
- verd. Natronlauge (ca. 30 g NaOH in 350 mL Wasser lösen)
- 0,1 molare Bariumchlorid-Lösung (350 mL)
- kaltgesättigte Bariumhydroxid-Lösung (800 mL)
- 0,1 %ige Cobaltnitrat-Lösung (ca. 200mg $\text{Co}(\text{NO}_3)_2$ in 200mL Wasser lösen)
- 0,1 molare Kaliumnatriumtartrat-Lösung (MG: 282,2; 200mL)
- 0,1 molare Kaliumhexacyanoferrat(II)-Lösung (MG: 386; 200 mL)
- 0,1 molare Kaliumhexacyanoferrat(III)-Lösung (MG: 329; 200 mL)
- 0,5 molare Ammoniummolybdat-Lösung (40 g Ammoniummolybdat + 80 g Ammoniumnitrat + 30 mL konz. Ammoniak + 370 mL Wasser)
- 0,1 molare Silbernitratlösung-Lösung (ca. 6 g in 400 mL Wasser)
- 1 molare Ammoniumthiocyanat-Lösung (ca. 15 g in 200 mL Wasser)

- Lunges Reagenz A: 2 g Sulfanilsäure in 200 mL 30%iger Essigsäure lösen
- Lunges Reagenz B: 0,6 g α -Naphthylamin in 200 mL 30%iger Essigsäure lösen
- 50%ige Essigsäure (200 mL)
- 0,1 molare Kupfersulfat-Lösung (350 mL)
- Traubenzucker-Lösung (ca. 4,5 g in 350 mL Wasser)

Von den über 100 bekannten Elementen treten nicht alle in pflanzlicher und tierischer Materie auf.

Wesentliche Bestandteile sind C, O, H, N, P und S, aber auch Na, K, Ca, Mg und Cl sind in relevanten Mengen vorhanden. Als Spurenelemente spielen Fe, Mn, Cu, Co, Zn, F, I, Se und Si eine lebensnotwendige Rolle.

Experimentelle Nachweise ausgewählter Kationen und Anionen

Kationen: Li^+ , Na^+ , K^+ , Mg^{2+} , Ca^{2+} , Sr^{2+} , Ba^{2+} , $\text{Fe}^{2+/3+}$, Cu^{2+} , Co^{2+} , Zn^{2+} , NH_4^+

Anionen: F^- , Cl^- , I^- , CO_3^{2-} , SO_4^{2-} , PO_4^{3-} , NO_2^- , NO_3^- , CH_3COO^-

Nachweis von Li^+ , Na^+ , K^+ , Ca^{2+} , Sr^{2+} , (Ba^{2+})

Für diese Ionen stehen keine geeigneten Fällungs-, Farb-, oder Geruchsreaktionen zur Verfügung, die entsprechend eindeutig sind. Sie lassen sich jedoch sehr gut durch Flammenfärbung bzw. anhand ihrer Spektrallinien im Handspektroskop nachweisen.

1. Übung: Durchführung der Versuche im Abzug!

Erhitzen Sie ein Magnesiastäbchen in der Bunsenbrennerflamme (notfalls wiederholt mit wenig HCl) bis die gelbe Flammenfärbung verschwunden ist. Danach bringen Sie etwas Natrium- oder ein anderes oben genanntes Alkali- oder Erdalkalisalz als Chlorid an das Magnesiastäbchen und erhitzen es in der Flamme.

Beobachten Sie die Flammenfärbungen und tragen sie diese in die unten stehende Tabelle ein.

Wiederholen Sie den gleichen Vorgang mit einem Blick durch das Spektroskop und versuchen Sie die für die entsprechenden Ionen charakteristischen Spektrallinien zu erfassen. Tragen Sie die Linien der jeweiligen Ionen ebenfalls in die Tabelle ein und vergleichen Sie sie mit den Literaturangaben.

(Jander-Blasius „Einführung in das anorganisch-chemische Praktikum; Anhang: Spektraltafeln“)

Tabelle:

| Alkali / Erdalkalisalz | Flammenfärbung | charakteristische Linie |
|------------------------|----------------|-------------------------|
|------------------------|----------------|-------------------------|

| | | |
|------|--|--|
| LiCl | | |
|------|--|--|

| | | |
|------|--|--|
| NaCl | | |
|------|--|--|

| | | |
|-----|--|--|
| KCl | | |
|-----|--|--|

| | | |
|-------------------|--|--|
| CaCl ₂ | | |
|-------------------|--|--|

| | | |
|-------------------|--|--|
| SrCl ₂ | | |
|-------------------|--|--|

| | | |
|-------------------|--|--|
| BaCl ₂ | | |
|-------------------|--|--|

Weitere Nachweise von Kationen

(Jander-Blasius „Einführung in das anorganisch-chemische Praktikum“)

Kupfer: Cu²⁺

Kupfer ist für Menschen, höher entwickelte Tiere, sowie für zahlreiche Pflanzen ein essentielles Spurenelement. Es ist für die Chlorophyllsynthese der Pflanzen erforderlich und nimmt als Bestandteil verschiedener Enzyme am Aufbau des Hämoglobins teil. So sind im menschlichen Blut eine Reihe, häufig blau gefärbter Kupferproteine enthalten. Der menschliche Körper enthält etwa 80 – 100 mg Kupfer und nimmt mit der Nahrung ca. 0,5 – 2 mg Kupfer pro Tag auf.

2. Übung: Reaktion mit Ammoniak

In ein Reagenzglas geben Sie ca. 1 – 2 ml CuSO₄-Lösung, dann fügen Sie tropfenweise verdünnten Ammoniak hinzu, so dass zunächst der hellblaue Niederschlag von Cu(OH)₂ gebildet wird. Danach tropfen Sie weiter Ammoniak zu, es entsteht eine tiefblaue Lösung des Tetramminkupfer-(II)-Komplexes.

Dies ist der einfachste Nachweis für Cu(II)-Ionen.

Vervollständigen Sie die nachstehende Reaktionsgleichung.



3. Übung: Reaktion mit Fehlingscher Lösung

In ein Reagenzglas geben Sie 1 mL CuSO_4 -Lösung, 1 mL ca. einmolare Kaliumnatriumtartrat-Lösung und einige Tropfen verdünnte Natronlauge.

Man beobachtet zunächst eine blaue Farbvertiefung. Einige Tropfen dieser Lösung geben Sie zu ca. 2 mL frisch bereiteter Traubenzucker-Lösung und erwärmen.

Zunächst fällt gelbliches, wasserhaltiges Cu_2O aus, das beim weiteren Erwärmen in rotes, wasserfreies Cu_2O übergeht.

Diese Reaktion hat in der physiologischen Chemie Bedeutung und dient zum Nachweis von Zucker im Harn.

Eisen: Fe^{2+} , Fe^{3+}

In seinen Verbindungen tritt Eisen hauptsächlich in den Oxidationsstufen +2 und +3 auf. Eisen-(II)-Verbindungen werden jedoch von Luftsauerstoff und bei pH-Werten oberhalb von 6 sehr leicht zu Eisen-(III) oxidiert.

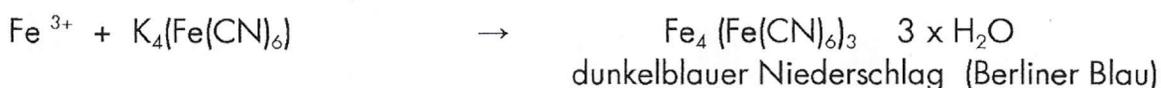
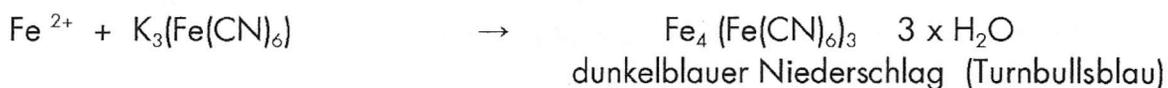
Eisen ist ein außerordentlich wichtiges essentielles Spurenelement, das in allen pflanzlichen und tierischen Organismen enthalten ist. In tierischen und menschlichen Organismen, sowie in Mikroorganismen übt Eisen wichtige Funktionen in Atmungs- und Sauerstofftransportvorgängen aus. Eisen ist wesentlicher Bestandteil des Hämoglobins und der Enzyme der Atmungskette. Ein erwachsener Mensch enthält etwa 4,2 g chemisch gebundenes Eisen, wovon ca. 70% des Gesamtgehaltes auf das Hämoglobin entfallen.

4. Übung: Versetzen mit Kaliumhexacyanoferrat(II) bzw. (III)

Auf der Tüpfelplatte versetzen Sie jeweils 1 – 2 Tropfen ca. 0,1 molare Kaliumhexacyanoferrat-(II) bzw. Kaliumhexacyanoferrat-(III)-Lösung tropfenweise mit Eisen-(II)- bzw. Eisen-(III)-Salzlösung.

Beobachten Sie die eintretende Färbung und notieren Sie diese.

Die Reaktionen von Fe^{2+} mit Kaliumhexacyanoferrat-(III) und von Fe^{3+} mit Kaliumhexacyanoferrat-(II) sind äußerst empfindlich und dienen als Nachweis für Eisen in der entsprechenden Oxidationsstufe.





5. Übung: Reaktion von Fe^{3+} mit Thiocyanat

Auf eine Tüpfelplatte geben Sie 1 – 2 Tropfen einer schwach salzsauren Fe^{3+} -Lösung und versetzen diese mit 1 Tropfen einer ca. einmolaren Ammoniumthiocyanat-Lösung. Diese Reaktion ist äußerst empfindlich!

Notieren Sie sich die Färbung und vervollständigen Sie die nachstehende Reaktionsgleichung:



Cobalt: Co^{2+}

Cobalt ist ein für den Menschen und für andere Organismen lebensnotwendiges Spurenelement, das z.B. im Vitamin B_{12} und hauptsächlich zur Bildung roter Blutkörperchen benötigt wird. Der Tagesbedarf beim Menschen beträgt ca. 0,1 μg .

6. Übung: Perlprobe

Schmelzen Sie an ein heißes Magnesiastäbchen etwas Borax an. An die glasig heiße Perle bringen Sie wenig Co-Salz und schmelzen erneut in der Oxidationsflamme durch. Man erhält ein intensiv gefärbtes Boratglas. Notieren Sie die Farbe der Boraxperle und vervollständigen Sie die Reaktionsgleichung:



Zink: Zn^{2+}

Zink ist ein für Menschen, Tiere, Pflanzen und Mikroorganismen lebenswichtiges Spurenelement. Es ist als Bestandteil wichtiger Enzyme u. a. an der Regulierung von Oxidations- und Reduktionsprozessen, am Kohlenhydrat- und Proteinstoffwechsel, sowie an der Chlorophyllsynthese beteiligt.

Der menschliche Organismus enthält etwa 2 – 4 g Zink. Der Tagesbedarf liegt bei etwa 22 mg. Zinkmangel kann zu Fruchtbarkeitsstörungen oder Infektanfälligkeit führen.

7. Übung: Mischkristallbildung (ZnCo_2O_4 „Rinmans Grün“)

Auf das Ende einer Magnesiarinne wird eine kleine Spatelspitze einer zinkhaltigen Probe gegeben und in einer Bunsenbrennerflamme geglüht. Anschließend geben Sie einen Tropfen sehr verdünnte Cobaltnitrat-Lösung (etwa 0,1%ig) hinzu und glühen erneut in der Oxidationsflamme. Beobachten Sie die Färbung, verwenden Sie nur sehr wenig Cobaltnitrat, da sonst schwarzes Co_3O_4 entsteht.

Ammonium: NH_4^+

Ammoniak entsteht in der Zelle aus Aminosäuren durch Abspaltung der Aminogruppe. Mit Wasser reagiert Ammoniak unter Bildung von Ammonium- und Hydroxidionen. Ammoniumsalze werden in großen Mengen zur Düngung eingesetzt. Sie sind kaum toxisch.

8. Übung: Reaktion mit Alkalihydroxiden

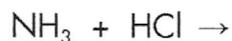
Versetzen Sie auf einem Uhrglas ein Ammoniumsalz mit einigen Tropfen NaOH und bedecken Sie das Uhrglas anschließend mit einem zweiten, an dessen Unterseite feuchtes Unitest-Papier angeheftet ist.

Prüfen Sie neben den charakteristischen Geruch auch die basische Reaktion des Indikatorpapiers. Vervollständigen Sie die nachstehende Reaktionsgleichung.



9. Übung: Ammoniumchlorid - Rauch

Halten Sie über verdünnten oder konzentrierten Ammoniak einen Glasstab mit einem Tropfen konzentrierter Salzsäure. Bildet sich ein weißer Rauch von Ammoniumchlorid. Vervollständigen Sie die nachstehende Reaktionsgleichung.



Anionennachweise

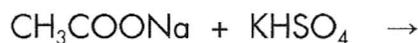
(Jander-Blasius „Einführung in das anorganisch-chemische Praktikum“)

Acetat: CH_3COO^-

1. Übung: Geruchsprobe

Verreiben Sie etwa 100 mg Natriumacetat mit der dreifachen Menge Kaliumhydrogensulfat im Mörser. Dabei wird die Essigsäure aus ihren Salzen verdrängt, die an ihren stechenden Geruch erkannt wird.

Vervollständigen Sie die nachstehende Reaktionsgleichung.



Carbonat: CO_3^{2-}

2. Übung: Nachweis als schwer lösliches Bariumcarbonat

Versetzen Sie etwa 200 mg Natriumcarbonat in einem kleinen Reagenzglas mit verdünnter Salzsäure und verschließen Sie dieses schnell mit einem Gaseinleitungsröhrchen, dieses tauchen Sie in eine Bariumhydroxid-Lösung ein. Eine weiße Trübung von Bariumcarbonat zeigt Carbonationen an.

Vervollständigen Sie die nachstehende Reaktionsgleichung.



Phosphat: PO_4^{3-}

3. Übung: Nachweis als gelbes Ammoniumphosphormolybdat



Lösen Sie eine kleine Spatelspitze Kaliumphosphat in einem Reagenzglas in etwa 1 mL demineralisiertem Wasser, säuern Sie anschließend mit mehreren Tropfen konzentrierter Salpetersäure an und versetzen sie die Lösung mit Ammoniummolybdat-Reagenz.

Ein gelber Niederschlag von Ammoniumphosphormolybdat zeigt Phosphationen an.

Sulfat: SO_4^{2-}

4. Übung: Nachweis als schwerlösliches Bariumsulfat

Versetzen Sie im Reagenzglas eine mit verdünnter Salzsäure angesäuerte Natriumsulfat-Probe mit kaltgesättigter Bariumchlorid-Lösung. Dabei fällt weißes Bariumsulfat aus.

Nitrit: NO_2^-

5. Übung: Nachweis als roter Azofarbstoff (mit Lunges Reagenz)

Auf einer Tüpfelplatte werden eine kleine Spatelspitze Natriumnitrit mit mehreren Tropfen 50%iger Essigsäure angesäuert und anschließend mit Lunges Reagenz versetzt. Eine intensive Rotfärbung zeigt Nitritionen an.

Nitrat: NO_3^-

6. Übung: Nachweis wie Nitrit; n a c h Reduktion

Versetzen Sie auf einer Tüpfelplatte eine kleine Spatelspitze Kaliumnitrat mit mehreren Tropfen 50%iger Essigsäure und einer kleinen Spatelspitze Zinkstaub. Danach geben Sie obiges Lunges Reagenz hinzu. Es bildet sich der rote Azofarbstoff.

Chlorid, Iodid: Cl^- , I^-

7. Übung: Nachweis als schwerlösliches Silberhalogenid

In einem Reagenzglas lösen Sie eine kleine Spatelspitze Natriumchlorid oder Kaliumiodid in ca. 2 mL Wasser und säuern mit ein bis zwei Tropfen Salpetersäure an. Anschließend wird mit 1%iger Silbernitrat-Lösung tropfenweise versetzt. Ein weißer käsiger Niederschlag zeigt Chloridionen, ein gelber Niederschlag zeigt Iodidionen an.

Vervollständigen Sie die nachstehende Reaktionsgleichung.



Fluorid: F⁻

8. Übung: Ätzprobe

Versetzen Sie auf einem Uhrglas eine Spatelspitze Natriumfluorid vorsichtig mit wenigen Tropfen konzentrierter Schwefelsäure. Decken Sie mit einem zweiten Uhrglas ab und lassen Sie einige Minuten reagieren. Danach wird das Uhrglas mit Wasser abgespült und die Glasoberfläche betrachtet. Ist das Uhrglas angeätzt, ist das ein Zeichen für das Vorhandensein von Fluoridionen.

Vervollständigen Sie die nachstehende Reaktionsgleichung.

