Qualitative Organische Elementaranalyse von Flüssigkeiten

Prinzip

Bei der qualitativen Elementaranalyse wird zunächst durch spezifische Nachweisreaktion festgestellt, welche Atomarten in der Verbindung enthalten sind.
Das Prinzip der qualitativen organischen Elementaranalyse ist die Überführung (Aufschluss) der organischen Substanz in anorganische Substanzen, die sich leicht nachweisen lassen.
Im Allgemeinen wird eine Prüfung auf Kohlenstoff, Wasserstoff und Stickstoff, seltener auf Halogene, Schwefel, Phosphor oder andere Elemente durchgeführt.

Warn-hinweis

Bei den folgenden Versuchen ist wegen der Gefahr austretender brennender Flüssigkeit bzw. Verspritzen ätzender Substanzen **unbedingt eine Schutzbrille** zu **tragen!**
Achtung: Alkohol- Luft- Gemische sind explosiv.

1. Indirekter Nachweis von Wasserstoff

Benötigte Geräte

- ☐ Bunsenbrenner
- ☐ Reagenzglas
- ☐ Reagenzglasstopfen mit Bohrung
- ☐ Glas mit Schraubverschluss („Marmeladenglas“)
- ☐ Gasanzünder
- ☐ Winkelrohr, ausgezogen
- ☐ Schutzbrille
- ☐ Becherglas, 250 mL
- ☐ Reagenzglashalter

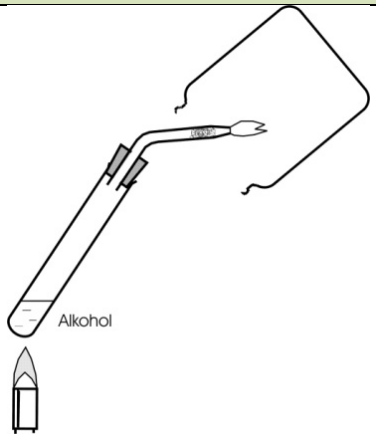
Verwendete Chemikalien

- ☐ Analysensubstanz
- ☐ z.B. Ethanol
- ☐ Kupfersulfat, wasserfrei
- ☐ oder besser: WATESMO-Papier

Durch-führung

Erhitzen Sie ein etwa mit 0,5 - 1 mL (etwa 7 - 10 mm hoch) Analysensubstanz (z.B. Ethanol) gefülltes Reagenzglas vorsichtig und unter Schütteln über dem Bunsenbrenner. Nachdem der austretende Dampf einige Zeit ausgeströmt ist, wird er entzündet.

Halten Sie dann das Becherglas, wie in der Zeichnung zu sehen, über die Flamme. Wenn Wasserstoff vorhanden ist, bilden sich "Wassertröpfchen" an der Innenwand des Becherglases. Nicht zulange erhitzen, sonst verschwindet der "Beschlag" wieder. Gibt man in das Glas etwas weißes Kupfersulfat (oder WATESMO-Papier) und stellt sich dann eine Blaufärbung ein, so enthält die zu untersuchende Substanz Wasserstoff.



2. Indirekter Nachweis von Kohlenstoff

Benötigte Geräte

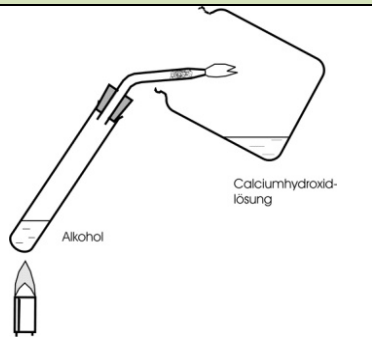
- ☐ Bunsenbrenner
- ☐ Reagenzglas
- ☐ Reagenzglasstopfen mit Bohrung
- ☐ Marmeladenglas mit Deckel
- ☐ Gasanzünder
- ☐ Winkelrohr, ausgezogen
- ☐ Schutzbrille
- ☐ Reagenzglashalter

Verwendete Chemikalien

- ☐ Analysensubstanz
- ☐ z.B. Ethanol
- ☐ Calciumhydroxidlösung
- ☐ (oder Bariumhydroxidlösung)

Durch-führung

In ein Reagenzglas gibt man 0,5 bis 1 mL Analysensubstanz (z.B. Ethanol), setzt das ausgezogene Glasrohr auf und erhitzt vorsichtig (wie bei Versuch 1). Nachdem die austretenden Dämpfe einige Zeit ausgeströmt sind, werden sie entzündet. Die Flamme hält man kurze Zeit in ein Marmeladeglas, der einige Tropfen Calciumhydroxid-Lösung enthält. Dann verschießt man das Glas mit dem Deckel und schüttelt
Ist Kohlenstoffdioxid entstanden, bildet sich ein weißer Niederschlag. Der gebundene Kohlenstoff wurde nachgewiesen.



3. Nachweis von Halogenen (F, Cl, Br, I) mit der Beilstein- Probe

Benötigte Geräte

- ☐ Bunsenbrenner
- ☐ Gasanzünder
- ☐ Tiegelzange
- ☐ Schutzbrille

Verwendete Chemikalien

- ☐ Analysenssubstanz
- ☐ Kupferblech

Durchführung

- Das Kupferblech mittels Tiegelzange gründlich in der Flamme erhitzen, bis diese keine Färbung mehr zeigt.
- Erst nach dem Abkühlen einige Tropfen der Analysensubstanz auf das Blech geben.

Beim erneuten Erhitzen entsteht bei Anwesenheit von Halogenen eine grüne bis blaue Flammenfärbung.

4. Nachweis von Stickstoff

Benötigte Geräte

- ☐ Bunsenbrenner
- ☐ Gasanzünder
- ☐ Schutzbrille
- ☐ Reagenzglasklammer
- ☐ Reagenzglas

Verwendete Chemikalien

- ☐ Analysenssubstanz
- ☐ Natriumhydroxid-Plätzchen
- ☐ Universalindikatorpapier

Durchführung

- In ein Reagenzglas einige Tropfen Ethanol geben, und äußerst vorsichtig ein Plätzchen Natriumhydroxid (Schutzbrille; stark ätzend) hinzufügen
- Den Glasinhalt vorsichtig mit dem Bunsenbrenner erwärmen und ein Stückchen angefeuchtetes Universalindikatorpapier an die Mündung des Reagenzglases halten. (**Vorsicht:** auch Spritzer färben das Papier blau !)

Ist Stickstoff vorhanden, färbt sich das Indikatorpapier blau; außerdem macht sich Ammoniakgeruch bemerkbar.

5. Nachweis von Schwefel

Benötigte Geräte

- ☐ Bunsenbrenner
- ☐ Gasanzünder
- ☐ Schutzbrille
- ☐ Spatel
- ☐ Reagenzglasklammer
- ☐ Reagenzglas

Verwendete Chemikalien

- ☐ Analysensubstanz
- ☐ Silbernitrat-Lsg.
- ☐ Essigsäure, verd.
- ☐ Natriumhydroxid-Plätzchen

Durchführung

- In ein Reagenzglas einige Tropfen Ethanol geben, und äußerst vorsichtig ein Plätzchen Natriumhydroxid (Schutzbrille; stark ätzend) und fünf Tropfen Wasser (Schutzbrille!) hinzufügen.
- Dann erwärmt man den Glasinhalt.
- Nach dem Abkühlen vorsichtig zuerst ein paar Tropfen verd. Essigsäure und dann etwas Silbernitrat dazugeben

Ist in der Analysensubstanz gebundener Schwefel (Sulfid) vorhanden, bildet sich ein schwarzer Niederschlag.

6. Nachweis von Phosphor

Benötigte Geräte

- ☐ Bunsenbrenner
- ☐ Gasanzünder
- ☐ Spatel
- ☐ Schutzbrille
- ☐ Reagenzglasklammer
- ☐ Reagenzglas

Verwendete Chemikalien

- ☐ Analysensubstanz
- ☐ Salpetersäure, verd.
- ☐ Kaliumnitrat
- ☐ Ammoniummolybdat-Lsg.

Durchführung

- Ein paar Tropfen Ethanol in einem Reagenzglas mit zwei Spatelspitzen Kaliumnitrat erhitzen (Vorsicht!).
- Nach dem Abkühlen einige mL verd. Salpetersäure und einige Tropfen Ammoniummolybdat-Lösung zugeben.

Bei der Anwesenheit von gebundenem Phosphor in der Analysensubstanz tritt eine Gelbfärbung auf.

7. Nachweis von Sauerstoff

Benötigte Geräte

- ☐ 2 Mikrobrenne
- ☐ Gasanzünder
- ☐ Stopfen mit Bohrung
- ☐ Tiegelzange /Spatel
- ☐ Schutzbrille
- ☐ Reagenzglas
- ☐ Stativ
- ☐ Doppelmuffe
- ☐ Greifklemme, klein
- ☐ Glasrohrstück mit Spitze

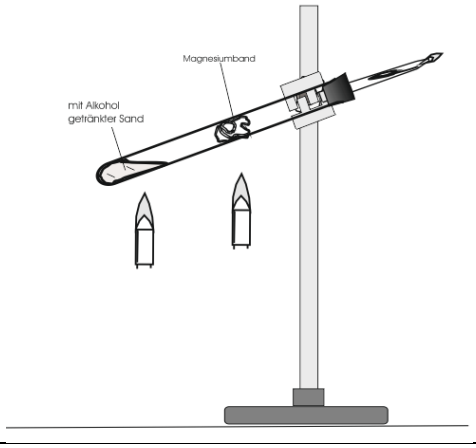
Verwendete Chemikalien

- ☐ Analysensubstanz
- ☐ Seesand
- ☐ Magnesiumpulver

Durch-führung

- Das Reagenzglas wird mit etwa 1-3 mL Sand füllen und mit der Pipette so viel Alkohol zu dem Sand gegeben, dass dieser gut durchfeuchtet ist, jedoch keine Flüssigkeit übersteht.
- Das Reagenzglas fast waagerecht am Stativ einspannen.
- 6 - 8 cm Magnesium Band abschneiden und durch Aufwickeln um das Reagenzglas eine Rolle herstellen und so in das Reagenzglas bringen das etwas Magnesiumband dicht am Glas anliegt.
- Stopfen mit Glasrohrstück (Brenndüse) aufsetzen
- Den Sand erhitzen und mit dem entstehenden Alkoholdampf die Luft komplett aus dem Reagenzglas verdrängen. Den Alkoholdampf an der Düse entzünden
- Das Magnesiumband an der anliegenden Stelle stark erhitzen. (Zwischen durch den Sand weiter erwärmen
- Beim Aufglühen des Pulvers nur noch den Sand weiter erwärmen und das austretende Gas entzünden!

Bei Anwesenheit von Sauerstoff findet man abgeschiedenen Kohlenstoff auch ein weißes Pulver (MgO).



Kurze Zusammenfassung der theoretischen Abläufe der einzelnen Nachweisreaktionen

1)	Wasserstoff:	
2)	Kohlenstoff:	
3)	Halogene:	
4)	Stickstoff:	
5)	Schwefel:	
6)	Phosphor:	
7)	Sauerstoff:	

Beachten:		Entsorgung	Abfalleimer

Literatur

1. D. Lissautzki et. al., Organische Chemie, Theorie- Experiment, 32-35, Verlag Moritz Diesterweg, Frankfurt,1978
2. F. Kappenberg, Arbeitsblätter zur Einführung der organischen Chemie, Münster 1982