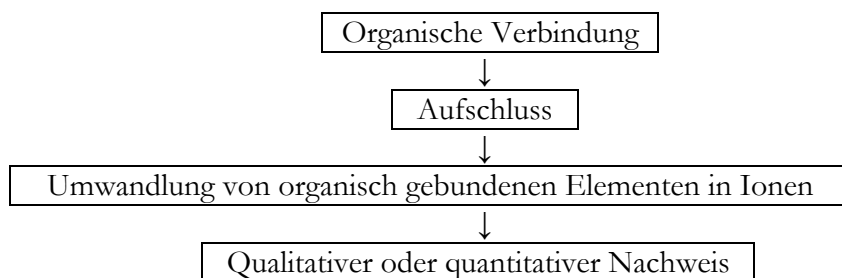


ELEMENTARANALYSE

Prinzip

Qualitative Analyse von Organica (Kohlenstoff (C) – Wasserstoff (H) – Stickstoff (N) – Phosphor (P) – Schwefel (S) – Halogene). Um diese Analyse durchführen zu können, müssen diese aufgeschlossen werden.



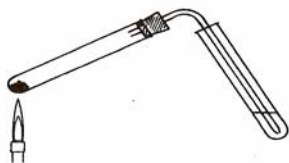
Die organische qualitative Elementaranalyse ist eine Methode zum raschen Nachweis von organisch gebundenen C, H, N, (P), S und den Halogenen (mit Ausnahme von F).

Durchführung

Um festzustellen, ob die Substanz organische Bestandteile enthält, wird zunächst eine Verkohlungsprobe durchgeführt. Zu diesem Zweck taucht man ein Magnesiastäbchen/Platindraht in die Urprobe und hält sie in die nicht rußende Flamme des Brenners (Abzug; Brenner schräg auf einem Stativ montieren!).

- Aromatische Kohlenwasserstoffe verbrennen mit schwach leuchtender Flamme.
- Aliphatische verbrennen unter Russabscheidung.
- Bei sauerstoffreichen Verbindungen nimmt die Leuchterscheinung ab.

Nachweis von Kohlenstoff und Wasserstoff (Kupferoxidprobe):



Ca. 0,1 g trockene Substanz mit ca. 1 g Kupferoxid ($\text{Cu}_2\text{O}/\text{CuO}$) mischen und in einem trockenen Reagenzglas erhitzen. Die entstehenden Gase werden in eine klare, gesättigte, frisch hergestellte Bariumhydroxid-Lösung eingeleitet.

Kondenswasser im oberen Teil des Reagenzglases weisen auf Wasserstoff hin; eine Trübung der Bariumhydroxid-Lösung lässt auf Kohlenstoff schließen.

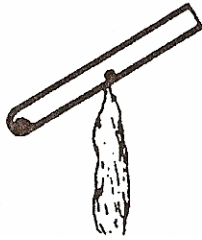
Nachweis von Halogenen (Beilsteinprobe):

Man befeuchtet einen ausgeglühten Kupferdraht mit der zu untersuchenden Substanz und hält den Draht in den Saum der nicht leuchtenden Brennerflamme. Die bei der Verbrennung entstehenden leicht flüchtigen Kupferhalogenide färben den Flammensaum grün bis grünblau.

Diese grün- bis grünblaue Flammenfärbung kann auch durch organische Stickstoffverbindungen hervorgerufen werden; daher ist die Abwesenheit von Halogenen ausschließlich durch eine **nicht** grün bis grünblaue Flammenfärbung nachgewiesen.

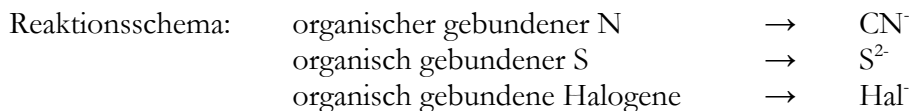
Lassaigne-Aufschluss:

Aus Sicherheitsgründen müssen diese Arbeiten im Abzug durchgeföhrt werden! **Kontakt von Natrium mit Wasser birgt Brand- und Explosionsgefahr!!!!!!**



Einige Milligramm/Milliliter der Probe werden in ein Reagenzglas vorgelegt. In die Mitte des Reagenzglases legt man ein Stück blankes Natrium (Streichholzkopfgröße). Das Reagenzglas wird von oben her mit der Brennerflamme erwärmt und das Natrium geschmolzen. Nach erfolgtem Aufschluss (Funkenbildung) wird bis zur Rotglut erhitzt und ca. eine Minute geglüht. Das noch heiße Röhrchen (nicht mehr rotglühend) wird in ein kleines Becherglas, das etwa 5-10 ml dest. Wasser enthält, fallen gelassen. Das heiße Reagenzglas zerspringt und die Reaktionsprodukte gehen unter heftiger

Reaktion des Natriumoxides und des eventuell noch vorhandenen Natriums zum Teil in Lösung. Das alkalische Aufschlussgemisch wird kurz aufgeköcht und durch Filtration (Faltenfilter) von Glasscherben und kohligen Überresten befreit. Diese Lösung wird für mehrere Nachweise verwendet (mindestens sieben)!

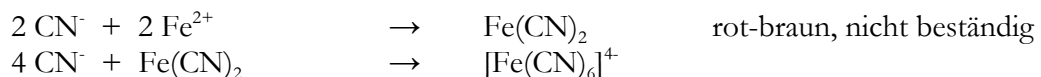


Nachweis von Stickstoff:

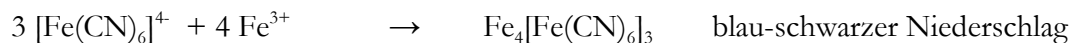
Ein Teil der Aufschlusslösung wird mit ca. 0,5 ml frisch zubereiteter 1%iger Eisen(II)-sulfatlösung versetzt. Das Gemisch wird aufgeköcht und nach dem Abkühlen mit einigen Tropfen verdünnter Salzsäure angesäuert.

Bildet sich ein blau-schwarzer Niederschlag oder tritt eine grüne Färbung auf, enthält die zu untersuchende Substanz organisch gebundenen Stickstoff (Berlinerblau-Reaktion).

Liegt das „Berlinerblau“ in schlecht erkennbaren Mengen vor, wird filtriert oder man bringt einige Tropfen der Lösung auf ein Filterpapier (Tüpfelprobe). Nach dem Abfließen der Flüssigkeit kontrolliert man das Filter auf Anwesenheit von blau-schwarzen Kristallen.



Durch Aufköchen der Aufschlusslösung werden die überschüssigen Eisen(II)-ionen mit Luftsauerstoff zu Eisen(III)-ionen oxidiert. Diese reagieren in salzsaurer Lösung zum Berlinerblau:



Bleibt die Lösung gelb, konnte kein Stickstoff nachgewiesen werden.

Mögliche Gründe:

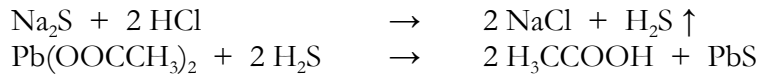
- die Substanz enthält keinen organisch gebundenen Stickstoff
- die Substanz spaltet den Stickstoff elementar ab, bevor es zur Cyanidbildung kommt, z. B. Hydrazinderivate, Azo- und Diazoverbindungen (Farbstoffe)
- in schwefelreichen Verbindungen bildet sich vorwiegend Eisensulfid. In diesem Fall wird der Aufschluss mit der doppelten Menge Natrium wiederholt.

Nachweis von Schwefel:

a) Ein Teil der alkalischen Aufschlusslösung wird mit ca. 0,5 ml frisch hergestellter 1%iger Natriumnitroprussiatlösung versetzt; entsteht eine rot-violette Färbung, enthält die Substanz organisch gebundenen Schwefel.



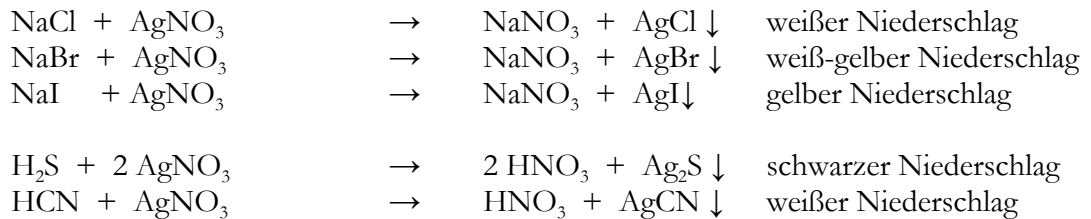
b) Ein Teil der alkalischen Aufschlusslösung wird in einem Reagenzglas mit verdünnter Salzsäure angesäuert. In die Gasphase wird ein mit dest. Wasser angefeuchtetes Bleiacetatpapier gehalten. Entsteht eine braun-schwarze Färbung enthält die zu untersuchende Substanz organisch gebundenen Schwefel.



Nachweis von Halogenen:

Ein Teil der Aufschlusslösung wird mit einigen Tropfen verdünnter Salpetersäure angesäuert. Diese Lösung wird, um eventuell vorhandenes Sulfid als H_2S oder Cyanid als HCN auszutreiben, auf das halbe Volumen eingedampft. Nach dem Abkühlen gibt man etwa 0,5 ml Silbernitratlösung zu. Entsteht ein Niederschlag – weiß bis gelb – enthält die zu untersuchende Substanz Halogene.

Enthält die Lösung bei der Zugabe von Silbernitrat noch Sulfid- oder Cyanidionen (nicht genügend gekocht!), tritt auf jeden Fall ein Niederschlag auf.



Protokoll:

Protokollnummer – Datum – Titel – Kurzfassung und Durchführung - Ergebnisse

Geräte:

Stative, Doppelmuffe, Brenner, Reagenzgläser (10x100 mm), Bechergläser 50 ml und 100 ml, Trichter, Faltenfilter, Glasrohre, Korkstopfen, Platindraht, Magnesiastäbchen, Glasrohre... **Schutzbrille**, **Geschirrtuch**, **Küchenrolle**

Chemikalien:

Kupferoxid, Natrium, Bariumhydroxid, Eisen(II)-sulfat-Heptahydrat, Natriumnitroprussiat, Salpetersäure (c = 4mol/L), Silbernitratlösung (c = 0,1 mol/L)

Literatur:

Autorenkollektiv, Organikum, 20. Auflage 1996
Dipl.-Ing. Dr. Peter Koppensteiner †