

Protokoll
4.1 Vorproben und Aufschlüsse
vom 13.11.2002

Aufgabenstellung

- a.) Boraxperlen als Vorprobe
- b.) Aufschlüsse

Geräte 4.1a)

- a.)
- Magnesiastäbchen
- Brenner
- Tüpfelplatte

Chemikalien 4.1a)

- Dinatriumtetraborat ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$)
- Cobalt(II)-sulfat (CoSO_4)
- Nickel(II)-sulfat (NiSO_4)
- Zinnchlorid (SnCl_2)
- Eisen(II)-sulfat (FeSO_4)
- Kupfer(II)-oxid (CuO)
- Chrom(III)-oxid (Cr_2O_3)
- Mangan(II)-sulfat (MnSO_4)

Durchführung

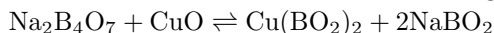
- Magnesiastäbchen im Bunsenbrenner zum Glühen erhitzen und anschließend in Borax eindrücken
- Magnesiastäbchen wieder in den Brenner halten, bis das Borax sich in eine glasklare Perle umgewandelt hat
- nach Erkalten etwas Anfeuchten und in zu untersuchende Substanz drücken
- Magnesiastäbchen so wieder in die Flamme halten (Zone je nach dem ob Oxidations- oder Reduktionsperle)

Beobachtung

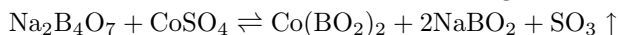
untersuchter Stoff	Farbe in Oxidationsflamme	Farbe in Reduktionsflamme
Co^{2+}	blau	blau
Ni^{2+}	gelb/bräunlich	grau
Sn^{2+}	rot	grau
Fe^{2+}	gelbrot	grünlich
Cu^{2+}	grün	rot
Cr^{3+}	grün	grün
Mn^{2+}	violett	farblos
$\text{Cu}^{2+}/\text{Sn}^{2+}$	rot	rot

Auswertung und Diskussion

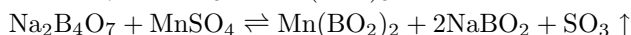
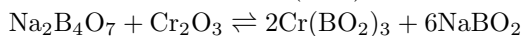
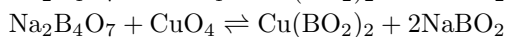
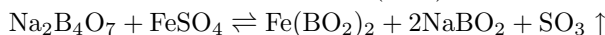
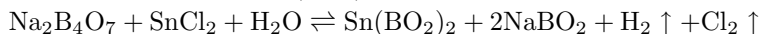
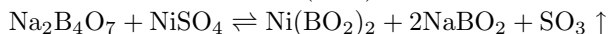
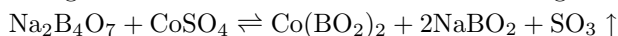
Wird Borax mit Metalloxiden zusammengeschmolzen entstehen Metaborate:



So kann auch aus Metallsalzen eine flüchtige Säure ausgetrieben werden:



Bezogen auf die von uns untersuchten Stoffe ergeben sich folgende Reaktionsgleichungen:



Entsorgung bzw. Weiterverwendung der Edukte und Produkte

Nicht genutzte Probensubstanzen werden in den Behälter für Feststoffabfall gegeben. Die von Perlen verdreckten Teile der Magnesiastäbchen werden gesammelt, die Reste behalten.

Geräte 4.1b)-4.1c)

- Nickeltiegel
- Bunsenbrenner
- Stativaufbau
- Porzellantiegel mit Deckel
- Filter
- Bechergläser
- Pipette
- Tüpfelplatte
- Spatel
- Mörser mit Pistel
- Magnesiumrinne
- Uhrglas

Chemikalien 4.1b)-4.1c)

- Fe_2O_3
- KHSO_4
- H_2SO_4 (verd.)
- 0,2M NH_4SCN -Lösung
- BaSO_4
- $\text{Na}_2\text{CO}_3/\text{K}_2\text{CO}_3$ -Gemisch
- carbonathaltiges Wasser
- HCl -Lösung (verd.)
- MnO_2
- $\text{Na}_2\text{CO}_3/\text{KNO}_3$
- SnO_2
- $\text{Na}_2\text{CO}_3/\text{S}$
- Eisessig

Durchführung

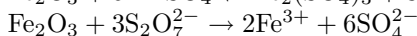
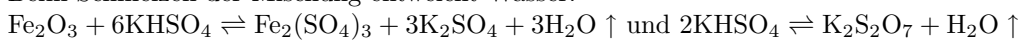
- b.) Saurer Aufschluss
- 2 Spatelspitzen Fe_2O_3 mit sechsfacher Menge KHSO_4 vereiben u. im Nickeltiegel bei niedriger Temperatur schmelzen
 - nachdem alles Wasser entwichen ist, auf mäßige Rotglut erhitzen
 - wenn die Schmelze klar ist, Tiegel abschrecken, in H_2SO_4 lösen u. filtrieren
 - Eisennachweis durchführen (1 Tropfen der Lösung mit 1 Tropfen 0,2M NH_4SCN versetzen \rightarrow rote Färbung)

- c.) Soda-Pottasche Aufschluss
 - 2 Spatelspitzen BaSO_4 mit sechsfacher Menge $\text{Na}_2\text{CO}_3/\text{K}_2\text{CO}_3$ mischen u. im Porzellantiegel mit Deckel so hoch erhitzen bis klare Schmelze entsteht
 - kalten Schmelzkuchen mörsern u. in carbonathaltigen Wasser lösen
 - Abfiltrieren und Waschwasser auf Sulfat testen
 - Niederschlag im Filter mit HCl lösen, 1 Tropfen der Lösung mit 1 Tropfen H_2SO_4 versetzen (Bariumsulfat fällt aus)
- d.) Oxidationsschmelze
 - 2 Spatelspitzen MnO_2 mit 3 bis 6-facher Menge $\text{Na}_2\text{CO}_3/\text{KNO}_3$ verreiben
 - Mischung solange in Magnesiumrinne erhitzen bis Gasentwicklung aufhört
 - kalte Schmelze in Uhrglas mit wenig Wasser waschen, ansäuern mit 1 Tropfen Eisessig
- e.) Freiburger Aufschluss
 - 2 Spatelspitzen SnO_2 mit sechsfacher Menge $\text{Na}_2\text{CO}_3/\text{S}$ verreiben u. im Porzellantiegel schmelzen
 - kalte Schmelze in Wasser lösen und mit HCl versetzen

Beobachtung und Auswertung

b.) Saurer Aufschluss

Beim Schmelzen der Mischung entweicht Wasser:



Nachdem die Schmelze in Schwefelsäure gelöst und mit Ammoniumthiocyanatlösung versetzt wurde, ergibt sich eine rote Färbung. Diese Färbung wurde von den gelösten Eisenionen ausgelöst.

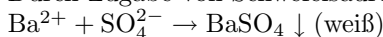
c.) Soda-Pottasche Aufschluss

Während der Schmelze läuft folgende Reaktion ab: $\text{BaSO}_4 + \text{Na}_2\text{CO}_3 \rightleftharpoons \text{BaCO}_3 + \text{Na}_2\text{SO}_4$

Beim Lösen mit carbonathaltigem Wasser geht das leichtlösliche Natriumsulfat in Lösung und das schwerlösliche Bariumcarbonat bleibt im Filter zurück. Um sicherzugehen, dass im Filter kein Sulfat mehr vorhanden ist, muss das Waschwasser auf Sulfat überprüft werden (erst wenn dort der Sulfattest negativ ausfällt, befindet sich im Filter kein Sulfat mehr). Mit Salzsäure wird nun das BaCO_3 gelöst:

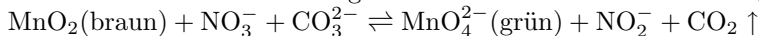


Durch Zugabe von Schwefelsäure zu den Bariumionen fällt sofort Bariumsulfat aus.

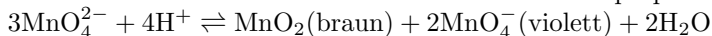


d.) Oxidationsschmelze

Beim Schmelzen der Mischung in der Oxidationsflamme läuft folgende Reaktion ab:

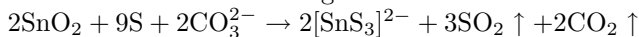


Beim Ansäuern der Schmelze kommt es zu einer Disproportionierung des Mangans:

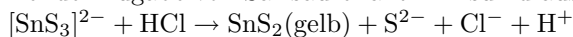


e.) Freiburger Aufschluss

Während der Schmelze fungiert der Schwefel sowohl als Elektronendonator, als auch als Elektronenakzeptor:



Bei der Zugabe von Salzsäure fällt Zinnsulfid aus:



Entsorgung bzw. Weiterverwendung der Edukte und Produkte

- b.) Die eisenhaltigen Lösungen werden verworfen. Nicht verbrauchte Mischung im Vorratsbehälter sammeln.
- c.) Alle Ba^{2+} -haltigen Lösungen und Niederschläge werden gesammelt (Versuch 4.1 c). Nicht verbrauchte Mischung im Vorratsbehälter sammeln.
- d.) Nicht genutzte Mischung im Vorratsbehälter sammeln. Lösung und Niederschlag auf Uhrglas im Sammelgefäß (Versuch 4.1 d) sammeln.
- e.) Das ausgefallene SnO_2 wird gesammelt (Versuch 4.1 e), die Lösung verworfen. Nicht genutzte Mischung im Vorratsgefäß sammeln.