

Protokoll
4.8 Analytik der VII. Hauptgruppe
vom 25.11.2002

Aufgabenstellung

- Reaktionen und Nachweise der Ionen von Elementen der VII. Hauptgruppe

Geräte

- Bunsenbrenner
- Tüpfelplatte
- Reagenzgläser
- Pipetten
- Spatel

Chemikalien

- Calciumfluorid
- Natriumchlorid
- Natriumbromid
- Kaliumiodid
- Eisen(III)-chlorid
- Kupfer(II)-sulfat
- Cobalt(II)-nitrat
- Silbernitrat
- Cl₂-Wasser
- Br₂-Wasser
- I₂-Wasser
- Säuren (HNO₃, H₂SO₄)
- Chloroform
- Aceton

Durchführung und Beobachtung/Auswertung

Anion	Durchführung	Beobachtung/Auswertung
Cl ⁻	- einige Körnchen Substanz in RG - mit H ₂ SO ₄ versetzen und erhitzen (Abzug!)	- Entstehung von farblosem, stechend riechendem Gas $\text{NaCl} + \text{H}_2\text{SO}_4 \rightleftharpoons \text{NaHSO}_4 + \text{HCl} \uparrow$ $\text{NaCl} + \text{NaHSO}_4 \rightleftharpoons \text{Na}_2\text{SO}_4 + \text{HCl} \uparrow$
	- Lösung mit AgNO ₃ versetzen - NS mit verd./konz. NH ₃ behandeln/(Na ₂ S ₂ O ₃)	- Entstehung eines weißen NS - NS löst sich in NH ₃ verd. auf $\text{Cl}^- + \text{Ag}^+ \rightleftharpoons \text{AgCl} \downarrow$ $\text{AgCl} + 2\text{NH}_3 \rightleftharpoons [\text{Ag}(\text{NH}_3)_2]\text{Cl}$ - Bildung eines Komplexsalzes mit höherer Löslichkeit als AgCl
	- Lösung mit 0,5mL Chloroform unterschichten - tropfenweise Br ₂ -Wasser zugeben und schütteln	- keine Reaktion - funktioniert nicht, da $E_{\text{AgCl}} > E_{\text{AgBr}}$ - Cl ⁻ kann nicht oxidiert werden
Br ⁻	- wenig Substanz in Reagenzglas geben - mit H ₂ SO ₄ versetzen und erhitzen (Abzug!)	- Entstehung von HBr und später braune Dämpfe $2\text{NaBr} + \text{H}_2\text{SO}_4 \rightleftharpoons 2\text{HBr} + \text{Na}_2\text{SO}_4$ $2\text{HBr} + \text{H}_2\text{SO}_4 \rightleftharpoons \text{Br}_2 \uparrow + \text{SO}_2 + 2\text{H}_2\text{O}$
	- gelöste Substanz mit AgNO ₃ versetzen - Löslichkeit in verd./konz. NH ₃ prüfen/(Na ₂ S ₂ O ₃)	- käsiger, schwach gelber NS - löst sich in konz. NH ₃ $\text{Br}^- + \text{Ag}^+ \rightleftharpoons \text{AgBr} \downarrow$ $\text{AgBr} + \text{NH}_3 \rightleftharpoons [\text{Ag}(\text{NH}_3)_2]\text{Br}$ - Auflösung unter Komplexbildung mit größerer Löslichkeit
	- Br ⁻ -Lösung mit 0,5mL Chloroform unterschichten - langsam Cl ₂ -Wasser zugeben und schütteln - Farbveränderungen beobachten	- braune Färbung der organischen Phase (unten) - nach weiterer Cl ₂ -Wasserzugabe weingelbe Farbe $2\text{Br}^- + \text{Cl}_2 \rightleftharpoons \text{Br}_2 + 2\text{Cl}^-$ $\text{Br}_2 + \text{Cl}_2 \rightleftharpoons 2\text{BrCl}$
	- Br ⁻ -Lösung mit 0,5mL Chloroform unterschichten - langsam I ₂ -Wasser zugeben und schütteln	- keine Färbung der organischen Phase - Br hat größere Elektronegativität als I

Anion	Durchführung	Beobachtung/Auswertung
I ⁻	- Iodsatz in Reagenzglas geben - mit Schwefelsäure versetzen und erhitzen (Abzug!)	- es entweichen violette Dämpfe $2\text{KI} + \text{H}_2\text{SO}_4 \rightleftharpoons \text{K}_2\text{SO}_4 + 2\text{HI}$ $2\text{HI} + \text{H}_2\text{SO}_4 \rightleftharpoons \text{I}_2 \uparrow + \text{H}_2\text{S} + 4\text{H}_2\text{O}$
	- gelöste Substanz mit AgNO ₃ versetzen - Löslichkeit in verd./konz. NH ₃ prüfen/(Na ₂ S ₂ O ₃)	- käsiger gelber NS - Auflösung in Na ₂ S ₂ O ₃ $\text{I}^- + \text{Ag}^+ \rightleftharpoons \text{AgI} \downarrow$ $\text{AgI} + 2\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \rightleftharpoons \text{Na}_3[\text{Ag}(\text{S}_2\text{O}_3)_2] + \text{NaI}$
	- Lösung mit 0,5mL Chloroform unterschichten - tropfenweise Cl ₂ -Wasser zugeben und schütteln - Farbveränderungen beobachten	- anfangs Violettfärbung der org. Phase - nach weiterer Zugabe Entfärbung $2\text{I}^- + \text{Cl}_2 \rightleftharpoons \text{I}_2 + 2\text{Cl}^-$ $\text{I}_2 + 3\text{Cl}_2 \rightleftharpoons 2\text{ICl}_3$
F ⁻	- im Bleitiegel: - 1x Substanz + 3x SiO ₂ + H ₂ SO ₄ (konz.) - Tiegel verschließen - auf Loch schwarzes Filterpapier legen - im Wasserbad erwärmen	- auf dem Filterpapier bildet sich ein weißer Fleck $4\text{F}^- + 8\text{H}^+ + \text{SiO}_4^{4-} \rightleftharpoons \text{SiF}_4 + 4\text{H}_2\text{O}$ $\text{SiF}_4 + 3\text{H}_2\text{O} \rightleftharpoons \text{H}_2\text{SiO}_3 \downarrow + 2\text{H}_2[\text{SiF}_6]$ $\text{SiF}_4 + 2\text{H}_2\text{O} \rightleftharpoons \text{SiO}_2 \downarrow + 4\text{HF}$ - Metakieselsäure bzw. Siliciumoxid auf Filterpapier
	- Ätzprobe: - Substanz auf OT geben - mit konz. H ₂ SO ₄ versetzen - mit 2. OT abdecken u. 10min warten	- Verätzungen auf dem OT $\text{CaF}_2 + \text{H}_2\text{SO}_4 \rightleftharpoons \text{CaSO}_4 + 2\text{HF}$ $4\text{HF} + \text{SiO}_2 \rightleftharpoons \text{SiF}_4 \uparrow + 2\text{H}_2\text{O}$ - HF führt zu den Ätzungen
SCN ⁻	- Lösung in RG geben - mit frisch bereiteter FeCl ₃ -Lösung versetzen	- tiefrote Färbung/Fällung $3\text{SCN}^- + \text{Fe}^{3+} \rightleftharpoons \text{Fe}(\text{SCN})_3$
	- zu Lösung Kupfersulfatlösung zugeben - schweflige Säure zugeben	- weißer NS in Anwesenheit von H ₂ SO ₃ $2\text{SCN}^- + 2\text{Cu}^{2+} + \text{SO}_3^{2-} + \text{H}_2\text{O} \rightleftharpoons 2\text{CuSCN} \downarrow + \text{SO}_4^{2-} + 2\text{H}^+$
	- 1 Tr. essigsaurer Lösung in Porzellanschale - mit 5 Tr. gesättigter Co(NO ₃) ₂ versetzen - über offener Flamme eindampfen - einige Tr. Aceton zugeben	- blaue bis grüne Lösung entsteht $\text{Co}^{2+} + 2\text{SCN}^- \rightleftharpoons \text{Co}(\text{SCN})_2$ - Bildung von blauem, löslichem Co(SCN) ₂

Entsorgung bzw. Weiterverwendung der Edukte und Produkte

Versuchsreste werden in die entsprechenden Sammelbehälter gegeben.