

# Analytische Chemie

Von Nadine Osbahr  
Chemie 12.1

7. Januar 2010

# Inhaltsverzeichnis

- Qualitative Analyse
- Quantitative Analyse
- Aufstellung der Summenformel
- Massenspektroskopie
- Strukturaufklärung
- Quellen

# Qualitative Analyse

Nachweis chemischer Elemente,  
funktioneller Gruppen oder  
Verbindungen (ohne das  
Mengenverhältnis zu berücksichtigen)

# Nachweis chemischer Elemente

## Kohlenstoff

- Rußige und aufleuchtende Flamme beim Verbrennen
- Beim Verbrennen entsteht  $\text{CO}_2$ 
  - $\text{CO}_2 + \text{Kalkwasser} \rightarrow \text{Kalk} + \text{Wasser}$
  - $\text{CO}_2 + \text{Ca(OH)}_2 \rightarrow \text{CaCO}_3 + \text{H}_2\text{O}$ 
    - (weißer Niederschlag)





# Nachweis chemischer Elemente

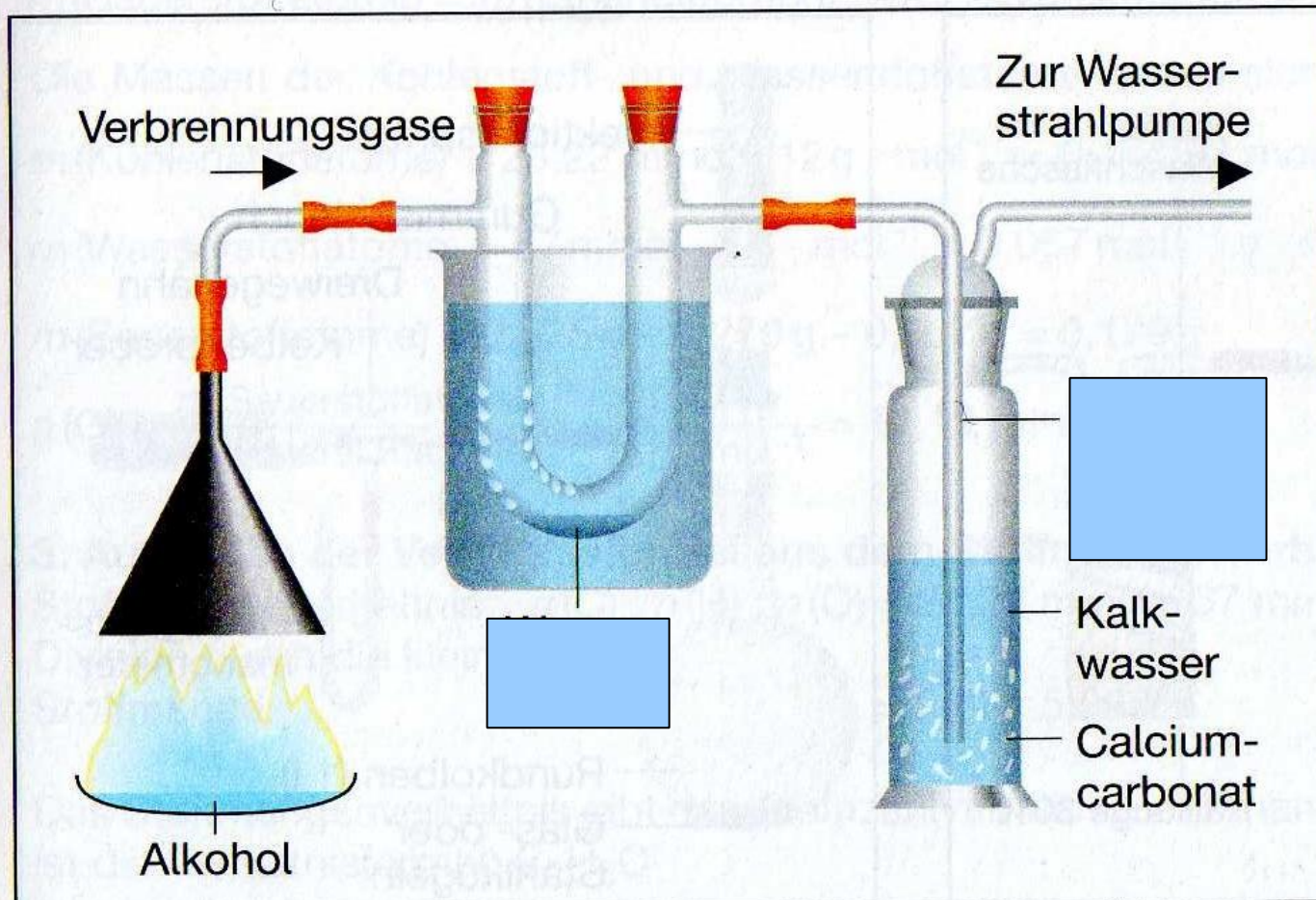
## Wasserstoff

- Reagiert mit Luftsauerstoff zu Wasser
- Wasser bildet mit weißem Kupfersulfat → blaues Kupfersulfat



# Nachweis chemischer Elemente im Ethanol

B2 Nachweis von  als  
Verbrennungsprodukte organischer Verbindungen

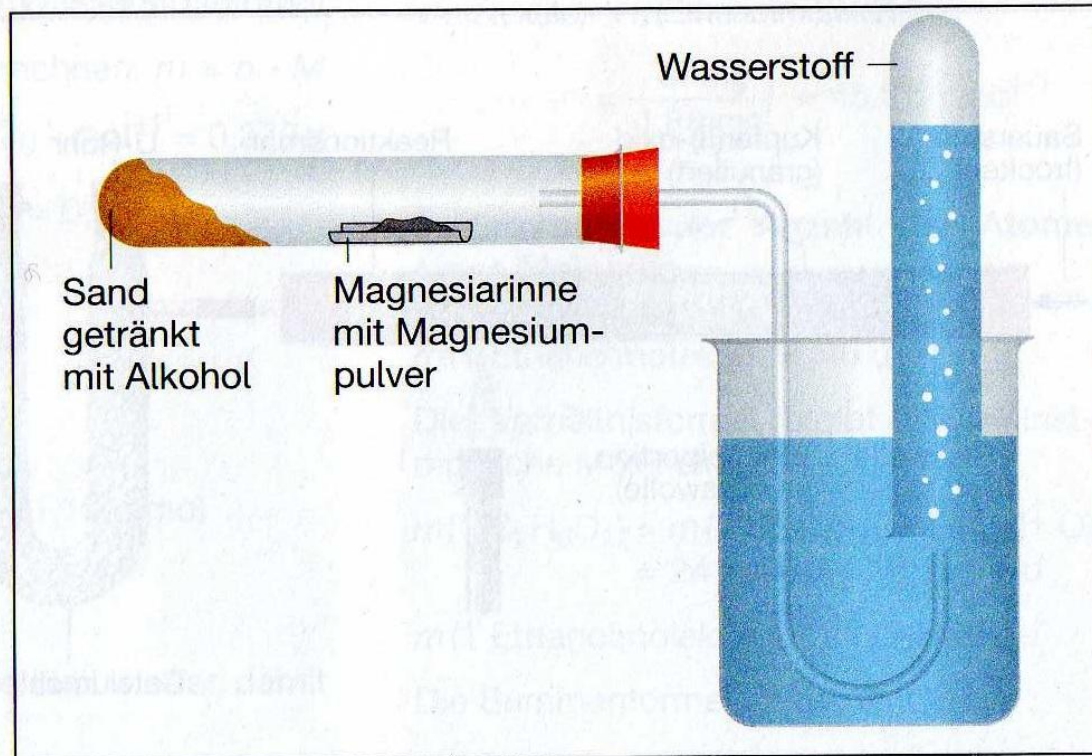


# Nachweis chemischer Elemente im Ethanol

## Sauerstoff

- Oxidation von Magnesium (unter Ausschluss von Luft)

**B3 Nachweis der Sauerstoffatome.** Die organische Verbindung oxidiert Magnesium



# Nachweis chemischer Elemente

## Halogene (Fluor, Chlor, Brom, Iod)

- *Beilstein Probe:*
  - Kupferdraht in eine Halogenverbindung tauchen
    - Bildung von flüchtigen Halogeniden
    - Grüne bis blaugrüne Flammfärbung



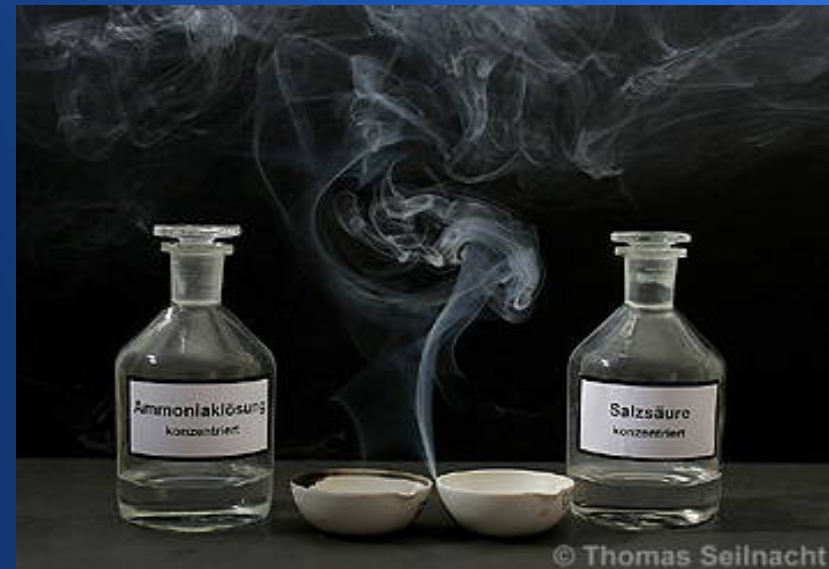


# Nachweis chemischer Elemente

## Stickstoff

Beim Aufkochen mit NaOH bildet sich aus gebundenem N gasförmiges  $\text{NH}_3$

- Grün- bis Blaufärbung von feuchtem Universalindikatorpapier
- Mit Chlorwasserstoff → weißer Rauch



# Nachweis chemischer Elemente

## Schwefel

- Schwefelverbindung mit konz. Natronlauge erhitzen
  - Bei Zugabe von Bleiacetat → schwarzer Niederschlag (Blei(II)sulfid →  $\text{PbS}$ )
- Elementarer S. verbrennt mit Sauerstoff zu Schwefeldioxid : Flammenfärbung blau



# Nachweis chemischer Elemente

## Phosphat

- Bildet mit Ammoniummolybdat in saurer Lösung einen **gelben** Niederschlag

Ammoniummolybdatophosphat



# Quantitative Analyse

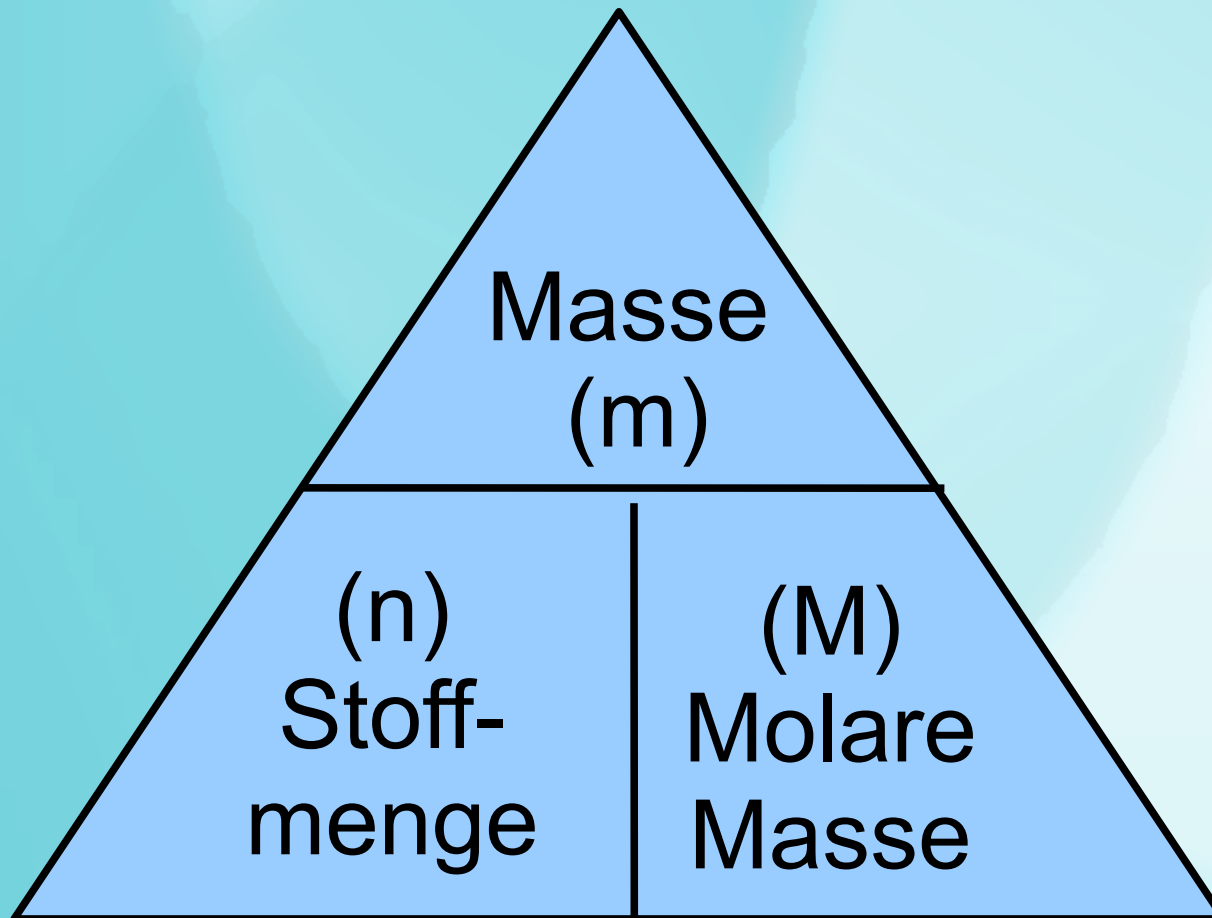
## Ermittlung der Verhältnisformel

→ gibt nur Auskunft über das  
Zahlenverhältnis der verschiedenen  
Atome in einem Molekül

Bsp:  $n(\text{C}) : n(\text{H}) : n(\text{O}) = 2:6:1$   
gilt für  $\text{C}_4\text{H}_{12}\text{O}_2$   
und für  $\text{C}_6\text{H}_{18}\text{O}_3$



# Kleine Wiederholung



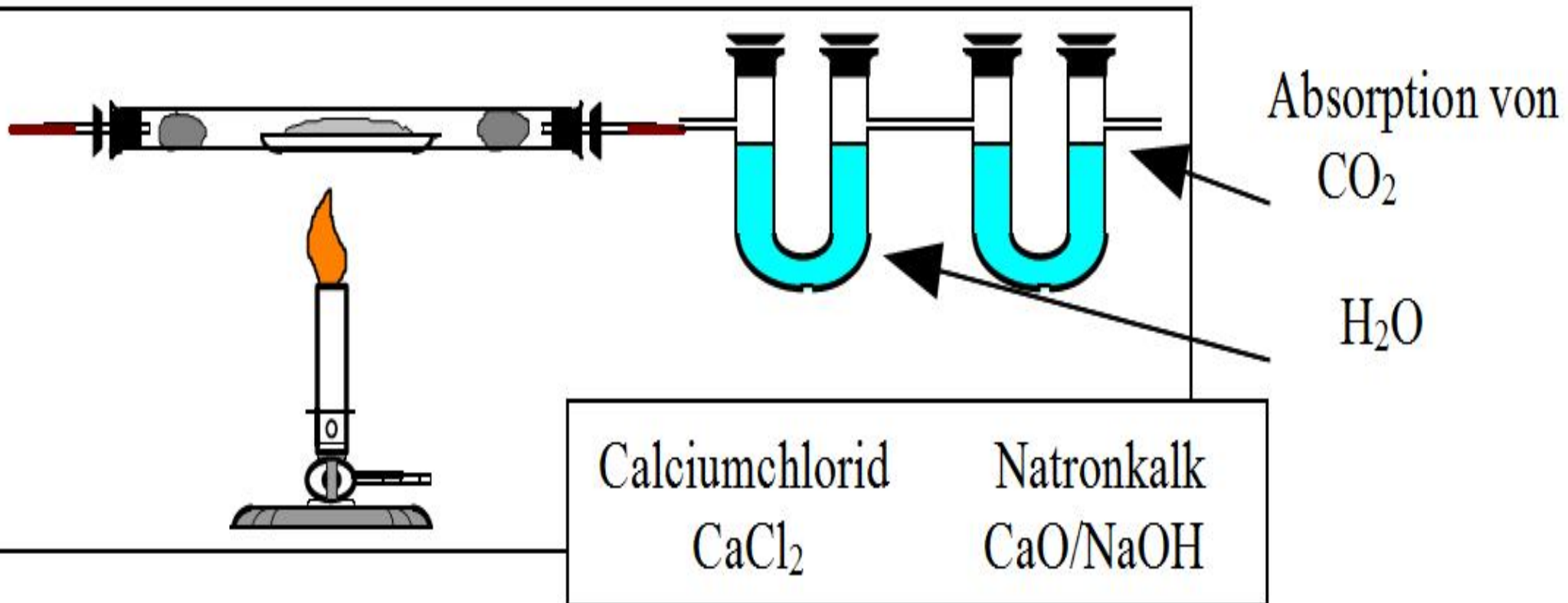
# Verhältnisformel

- ...wird durch das Stoffmengenverhältnis ausgedrückt (Bsp: Alkohol).



# Quantitative Analyse nach Liebig (1831)

- Ziel: Massenbestimmung der Produkte Wasser und  $\text{CO}_2$  bei der Verbrennung einer organischen Substanz



# Berechnung der Verhältnisformel von Ethanol

- Verbrennung von 0,525g Ethanol
  - Ergibt: 0,603 g  $H_2O$   
1,022 g  $CO_2$

Durch Qualitative Analyse wurden Kohlenstoff,  
Sauerstoff und Wasserstoff nachgewiesen.

# Ermittlung der Stoffmenge von Kohlenstoff und Wasser

$$n(\text{CO}_2) = \frac{m(\text{CO}_2 - \text{Portion})}{M(\text{CO}_2)}$$

$$n(\text{CO}_2) = \frac{1,022\text{g}}{44 \frac{\text{g}}{\text{mol}}} = 23,22\text{mmol}$$

$$n(\text{CO}_2) = n(\text{C})$$

$$n(\text{H}_2\text{O}) = \frac{m(\text{H}_2\text{O} - \text{Portion})}{M(\text{H}_2\text{O})}$$

$$n(\text{H}_2\text{O}) = \frac{0,603\text{g}}{18 \frac{\text{g}}{\text{mol}}} = 33,5\text{mmol}$$

$$n(\text{H}) = 2 * n(\text{H}_2\text{O})$$

# Ermittlung der Stoffmenge von Sauerstoff

$$m(O\text{-atom}) = m(\text{Ethanolportion}) - m(C\text{-atom}) - m(H\text{-atom})$$

Berechnung der Masse der Kohlenstoff und Wasserstoffatome:

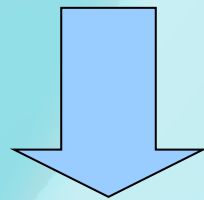
$$m = n * M \quad \longrightarrow \quad m(C\text{-Atom}) = 0,02322\text{mol} * 12 \frac{\text{g}}{\text{mol}} = 0,279\text{g}$$

$$m(H\text{-Atom}) = 0,067\text{mol} * 1 \frac{\text{g}}{\text{mol}} = 0,067\text{g}$$

$$m(O\text{-Atom}) = 0,525\text{g} - 0,067\text{g} - 0,279\text{g} = 0,179\text{g}$$

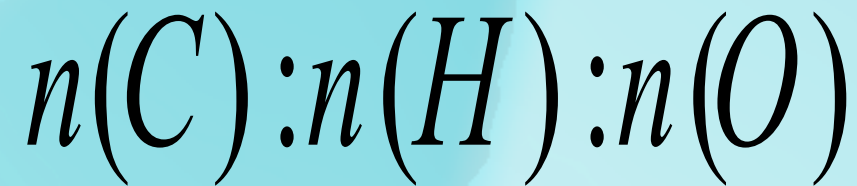
# Ermittlung der Stoffmenge von Sauerstoff

$$n(O) = \frac{m(O\text{-Portion})}{M(O)}$$

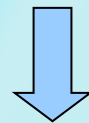


$$n(O) = \frac{0,179\text{g}}{16\frac{\text{g}}{\text{mol}}} = 11,19\text{mmol}$$

# Aufstellen der Verhältnisformel



$$23,22 \text{ mmol} : 67 \text{ mmol} : 11,19 \text{ mmol}$$



$$2,08 : 5,99 : 1$$





# Übungsaufgabe 1

**Aufgabe:** Aufstellen einer Verhältnisformel

**Gegeben:**

- Durch Qualitative Analyse: Nachweis von Kohlenstoff und Wasserstoff
- $m(\text{CO}_2) = 0,22\text{g}$
- $m(\text{H}_2\text{O}) = 0,108\text{ g}$



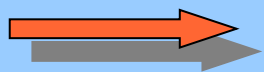
*Sorry!*

# Übungsaufgabe 1

$$n(\text{CO}_2) = \frac{m(\text{CO}_2)}{M(\text{CO}_2)} = \frac{0,22\text{g}}{44\frac{\text{g}}{\text{mol}}} = 0,005\text{mol} = 5\text{mmol}$$

$$n(\text{H}_2\text{O}) = \frac{m(\text{H}_2\text{O})}{M(\text{H}_2\text{O})} = \frac{0,108\text{g}}{18\frac{\text{g}}{\text{mol}}} = 0,006\text{mol} = 6\text{mmol}$$

$$n(\text{C}) = 5\text{mmol} \quad n(\text{H}) = 2 \cdot n(\text{H}_2\text{O}) = 12\text{mmol}$$



$$n(\text{C}) : n(\text{H}) = 5 : 12$$



... gibt die Anzahl der gleichartigen Atome in einem Molekül an.

Wie bestimmt man nun die Summenformel von Ethanol?

→ **Lösung: Massenspektrometer**

# Summenformel

# Massenspektroskopie

- leistungsfähige analytische Technik
- einsetzbar für kleinste Stoffportionen :  $10^{-12}$ g zur Identifizierung unbekannter chemischer Verbindungen
- ermöglicht Strukturaufklärung von Molekülen

# Massenspektroskopie

## Wo wird Massenspektroskopie verwendet?

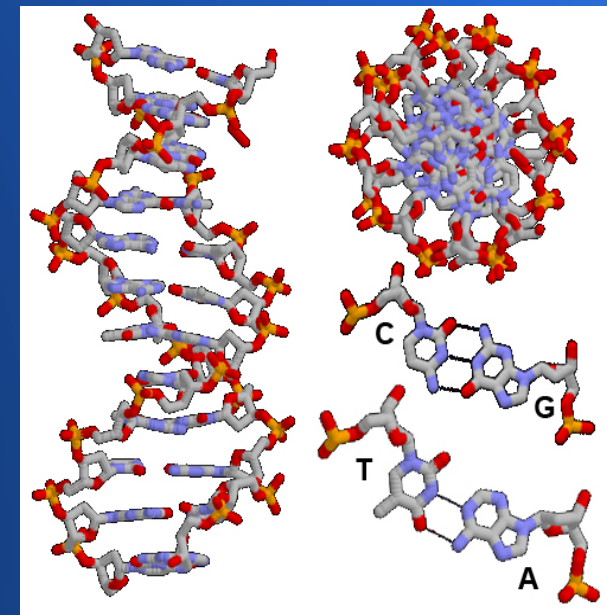
- Sport: Nachweis von Anabolika (Dopingtest)
- Lebensmittelindustrie: Nachweis von Schadstoffen in Lebensmitteln
- Umwelt: Nachweis z.B. von Dioxinen in der Abluft



# Massenspektroskopie

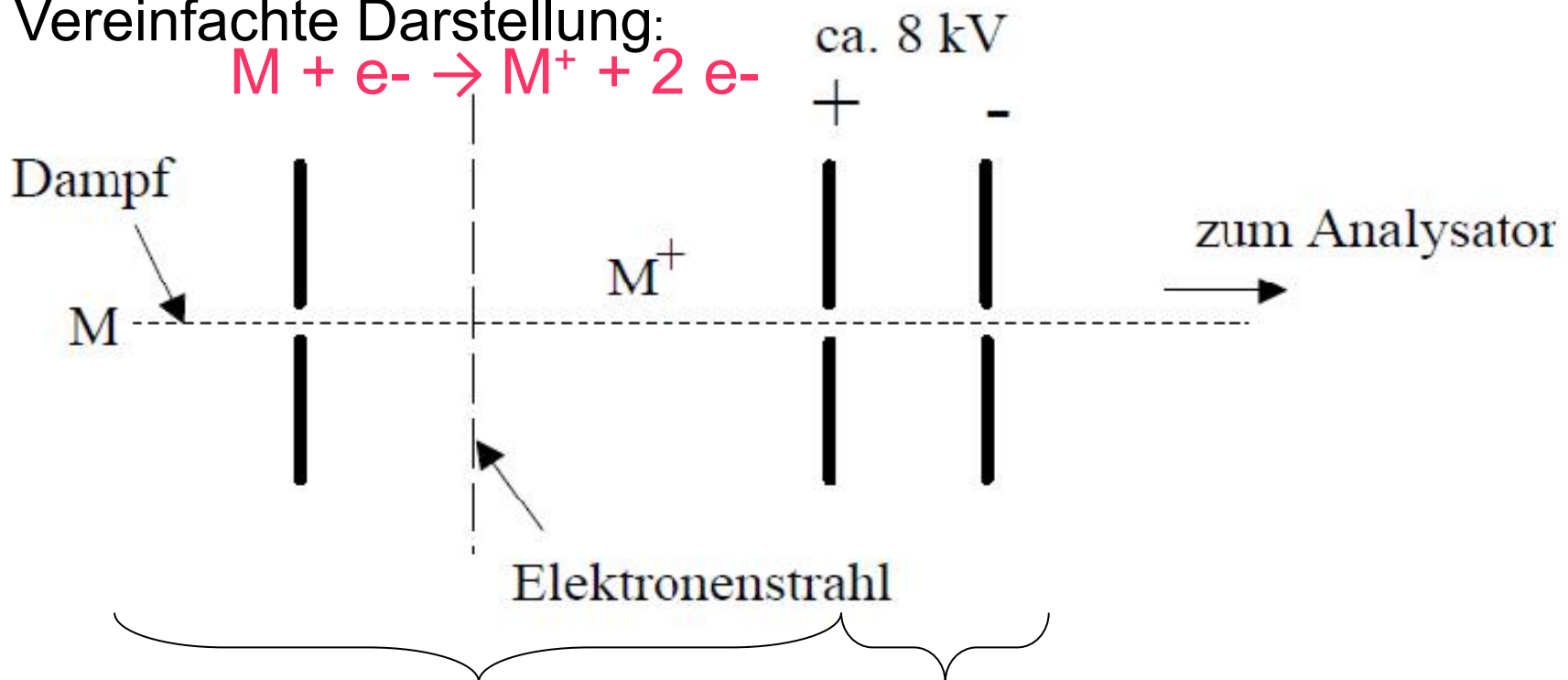
## Wo wird Massenspektroskopie verwendet?

- Bioanalytik: Erforschung von Erbmaterial
- Archäologie/ Geochemie: Bestimmung von Alter und Herkunft von Fossilien durch Isotopenbestimmung



# Massenspektroskopie

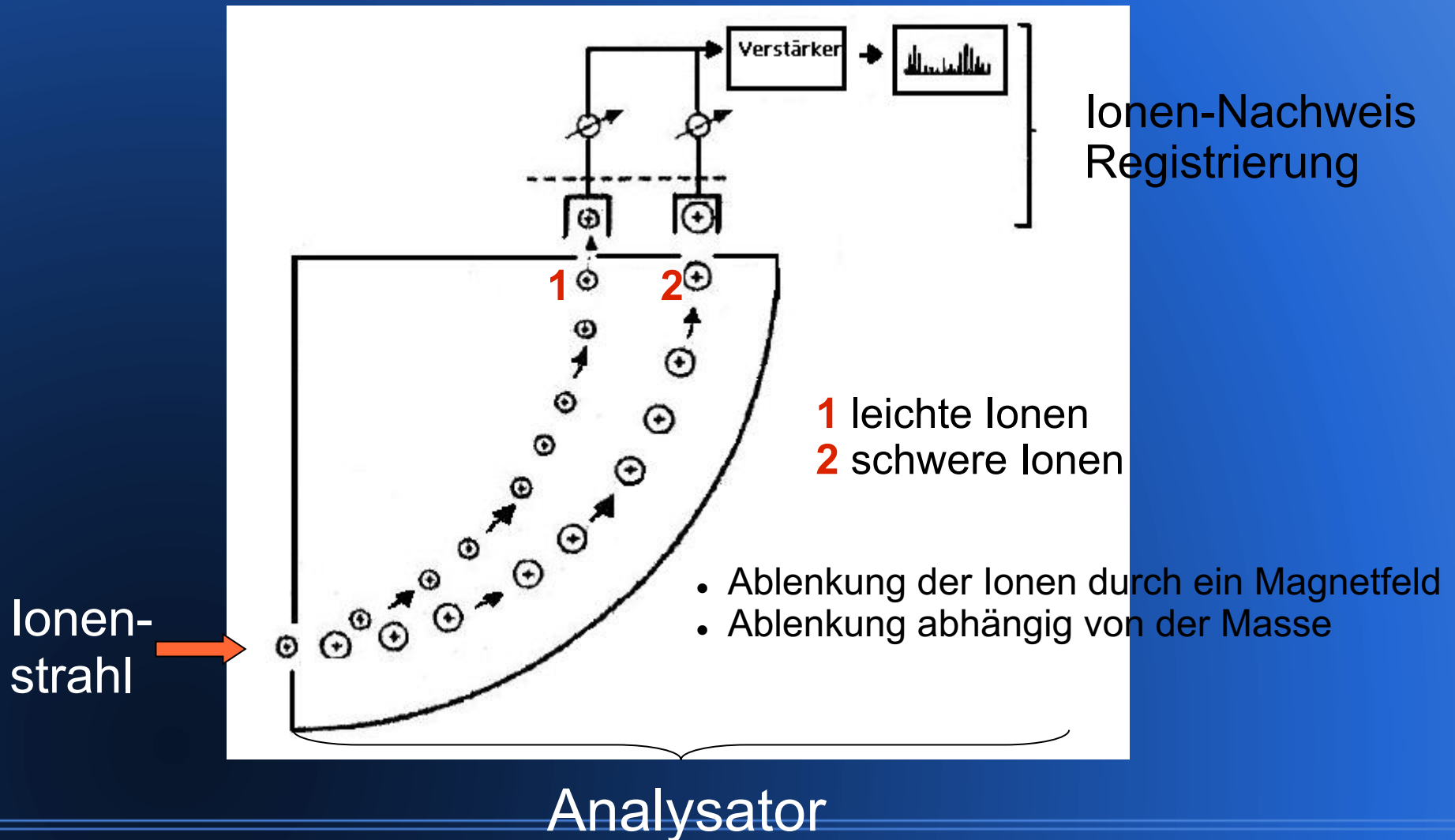
Vereinfachte Darstellung:



Ionisierung

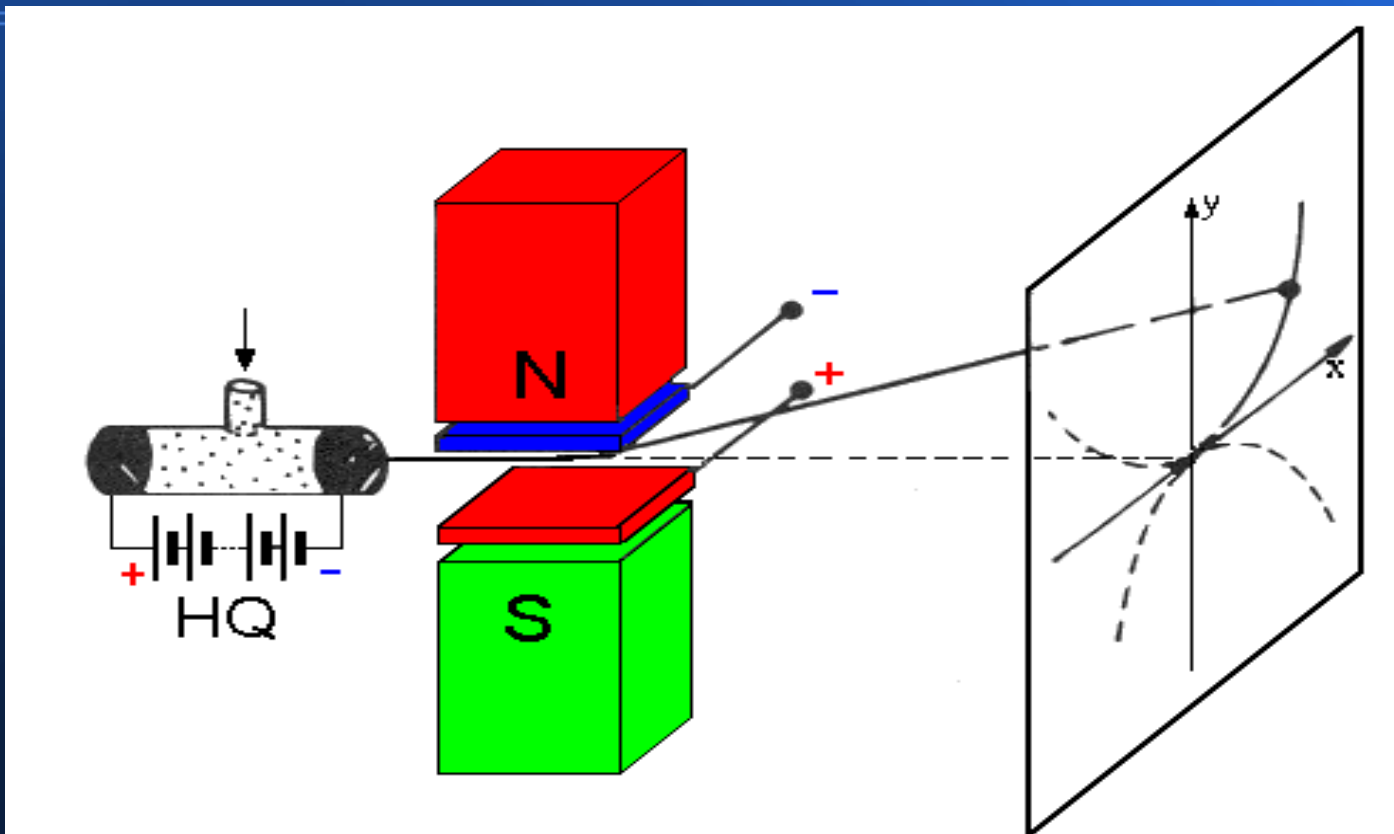
Beschleunigung

# Massenspektroskopie





# Massenspektroskopie



- elektrisches Feld: Ablenkung in y-Richtung nach oben (unten)
- magnetisches Feld: Ablenkung in x-Richtung seitlich (Lorentz-Kraft)

# Massenspektrometer

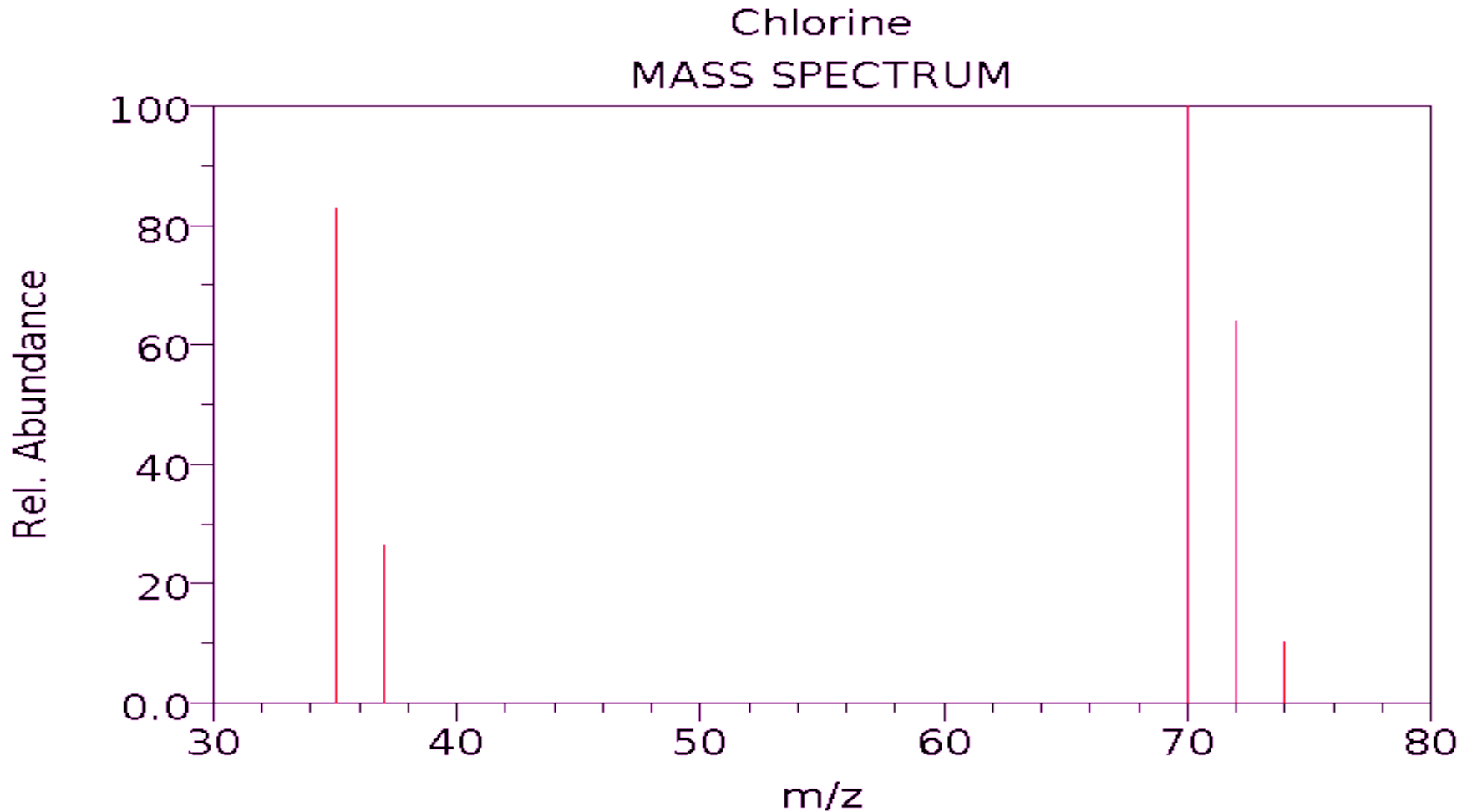


- 1: Einlasssystem
- 2: Vakuumsystem
- 3: Ionenquelle
- 4: Analysator
- 5: Detektor
- 6: Datensystem

# Massenspektrogramm

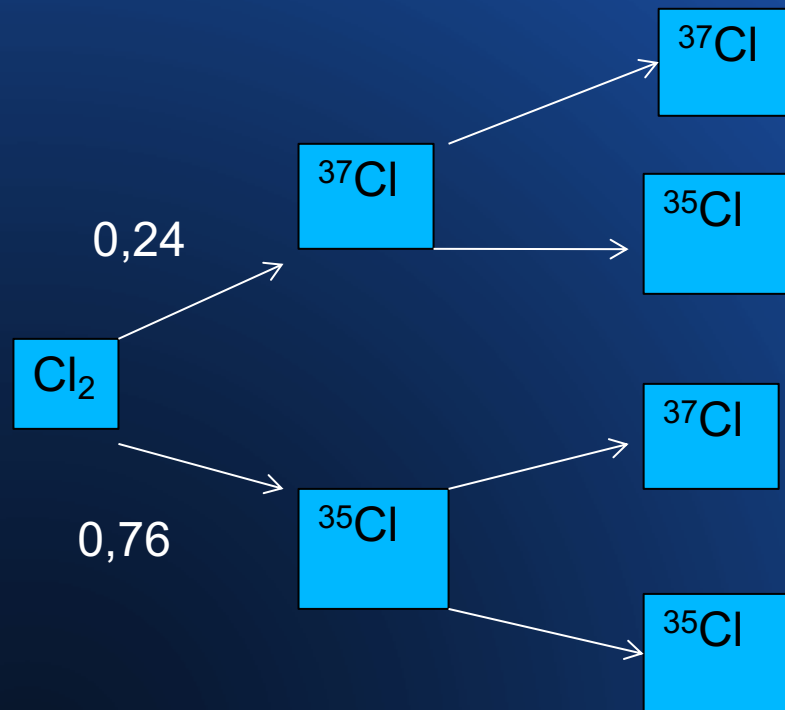
- X-Achse: (Masse / Ladung)
  - Einheit → Thomson\* [Th.] =  $m/q = u/e$
  - e (elementare Ladungseinheit) wird häufig durch "z" ersetzt (z gibt die Anzahl der Elementarladungen an)
- höchster Peak (Hochpunkt) wird als Basispeak angesehen (gilt dann als 100% - Peak)
- \* Physik-Nobelpreis 1906 für die Entdeckung des Elektrons

# Massenspektrogramm



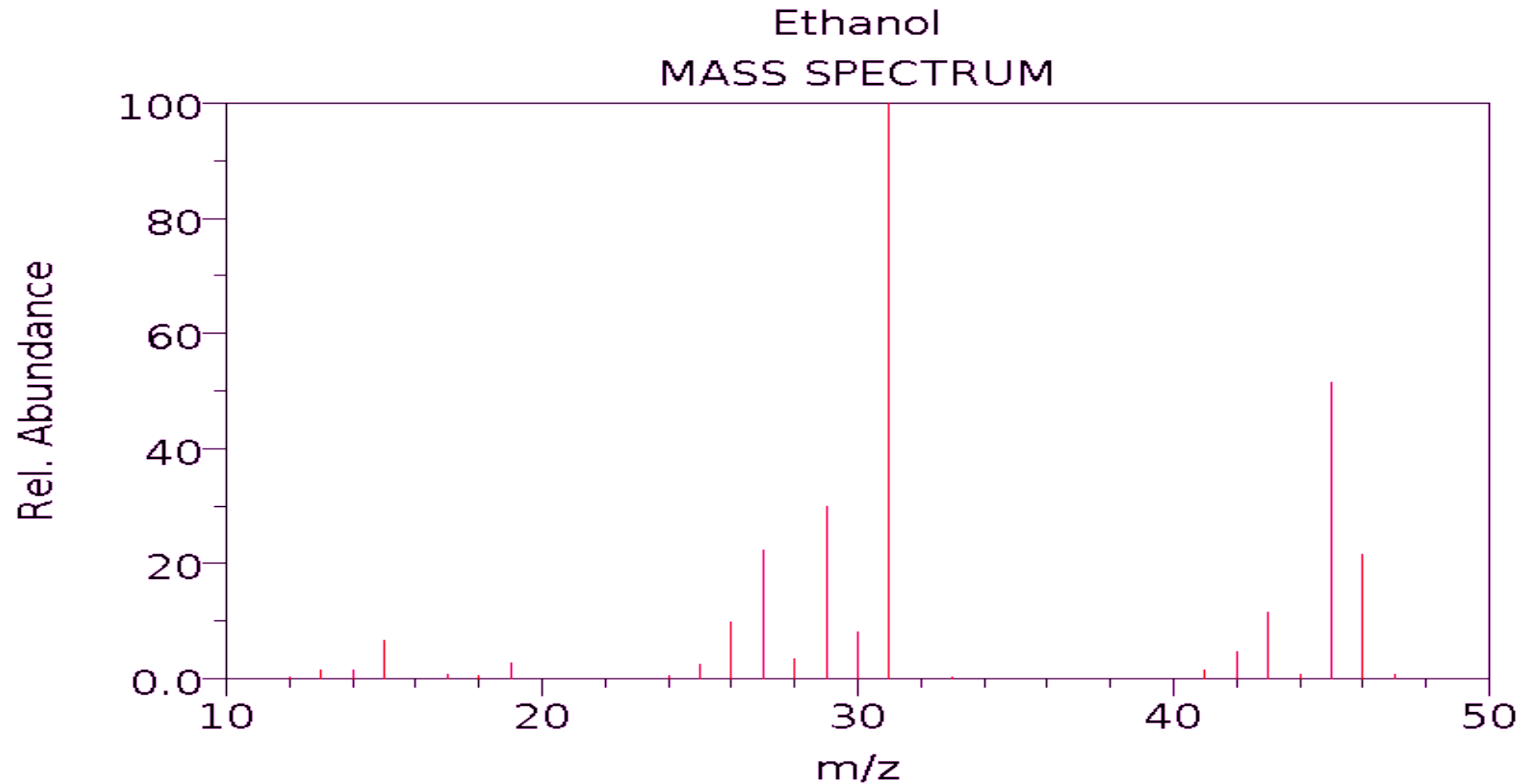
NIST Chemistry WebBook (<http://webbook.nist.gov/chemistry>)

# Massenspektrogramm



R  
E  
L  
A  
T.  
H  
Ä  
U  
F  
I  
G  
K  
E  
I  
T

# Massenspektrogramm

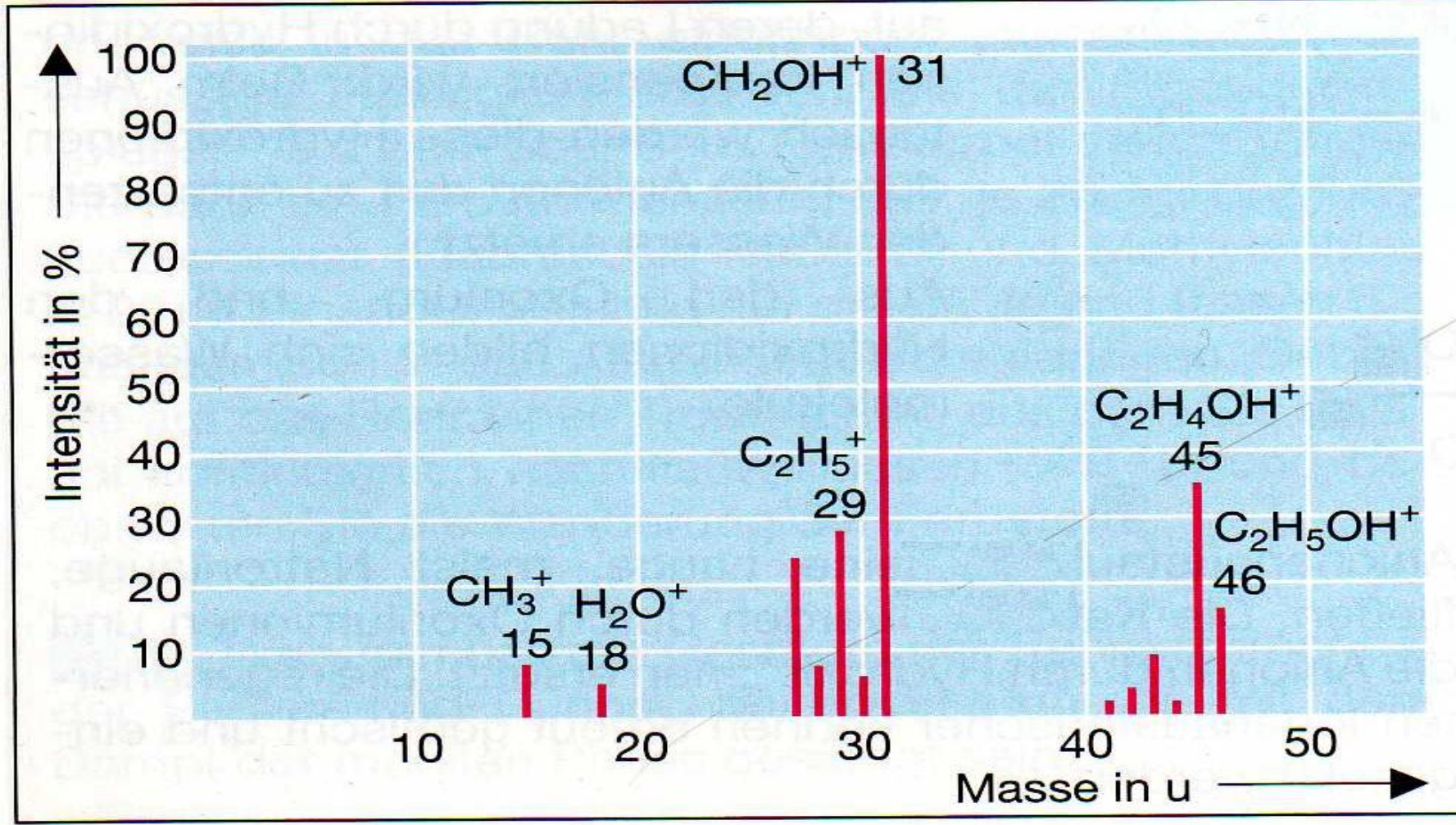


NIST Chemistry WebBook (<http://webbook.nist.gov/chemistry>)



# Massenspektrogramm Ethanol

B2 Massenspektrum des Ethanols



Aus Massenspektrogramm ist die Molekülmasse ersichtlich:

$$m(1 \text{ Ethanolmolekül}) = 46 \text{ u}$$

Die Verhältnisformel gibt für  $n=1$  die kleinste mögliche Molekülmasse an:

$$\begin{aligned} m(\text{C}_2\text{H}_6\text{O}_1)_1 &= m(2\text{C}) + m(6\text{H}) + m(1\text{O}) \\ &= 2 * 12 \text{ u} + 6 * 1 \text{ u} + 1 * 16 \text{ u} \\ &= 46 \text{ u} \end{aligned}$$

  $m(\text{C}_2\text{H}_6\text{O}_1)_1 = m(1 \text{ Ethanolmolekül})$

Die Summenformel für Ethanol ist damit:  $\text{C}_2\text{H}_6\text{O}$

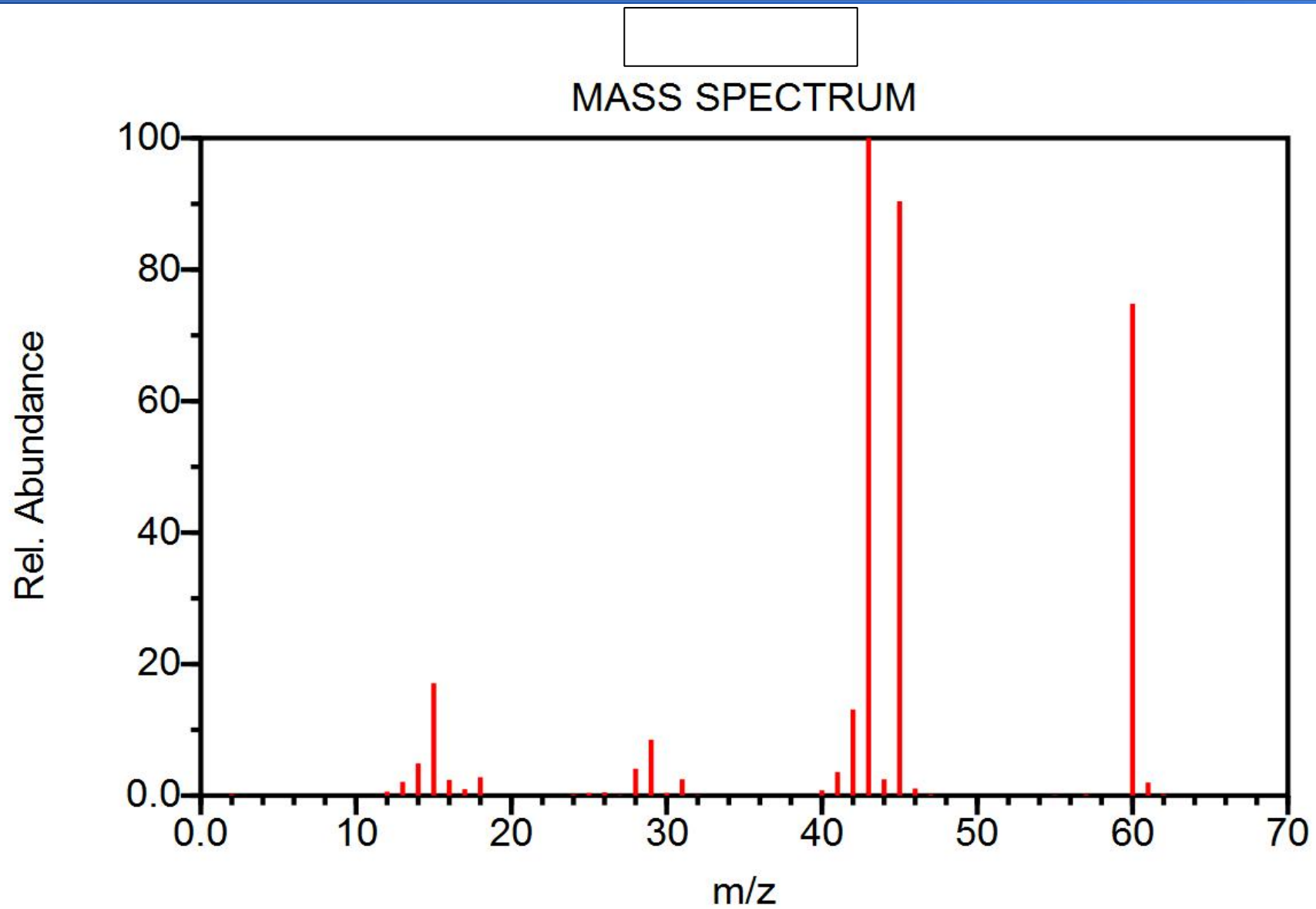
**Ermittlung der Anzahl der Atome  
im Ethanolmolekül**



# Übungsaufgabe 2

- a) Aufstellen der Verhältnisformel der Verbindung X
- Qualitative Analyse: C, H, O sind ermittelt
  - 0,8g einer Substanz werden verbrannt  
es entstehen:
    - 1,1733g CO<sub>2</sub> und 0,48g H<sub>2</sub>O
- b) Aufstellen der Summenformel von X mit Hilfe eines Massenspektrogramms

# Übungsaufgabe 2



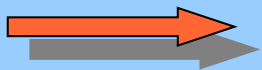
# Übungsaufgabe 2

Ergebnis 1 : Verhältnisformel von X ist  $(C H_2 O)_n$

Ergebnis 2 : Molekülmasse(X) = 60 u

$$\text{für } n=1 : \quad m(C H_2 O)_1 = 30 \text{ u}$$

$$\text{für } n=2 : \quad m(C H_2 O)_2 = 60 \text{ u}$$

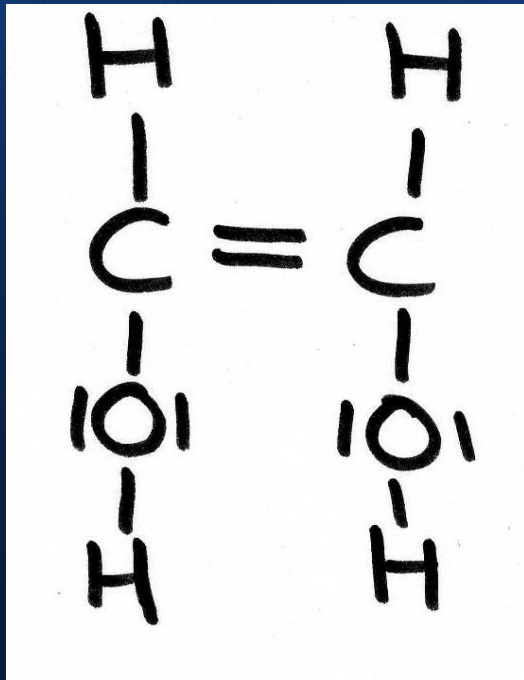


**Summenformel von X**

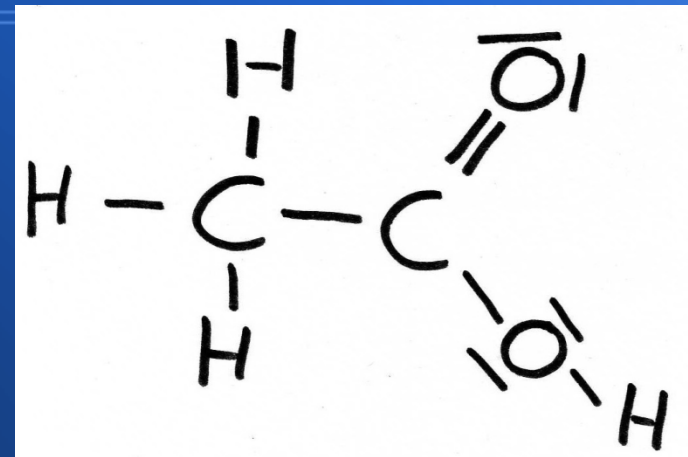


# Ermittlung der Strukturformel

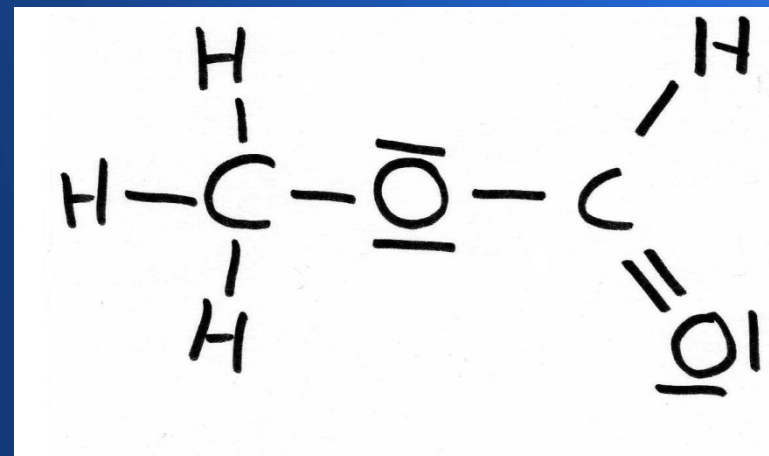
- Möglichkeiten:



1,2 - Ethendiol



Essigsäure



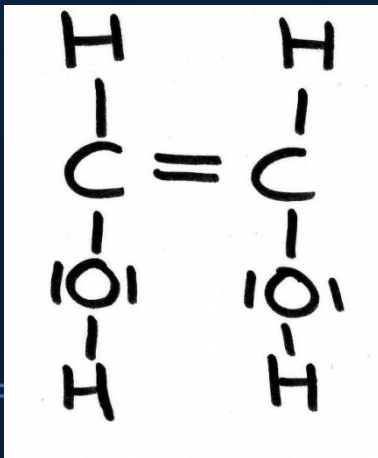
Methansäuremethylester

# Ermittlung der Strukturformel

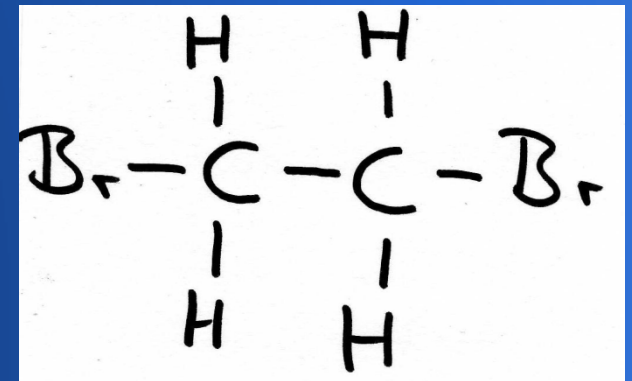
- Ist es 1,2 – Ethendiol?

Nachweismöglichkeit von Alkenen:

- Braunes Bromwasser zu dem Alken geben
- es entsteht 1,2-Dibrom-1,2-ethandiol
  - Gemisch entfärbt sich



+ Brom





**Bromwasser**



**Einleiten von Ethen**



**Entfärbung**

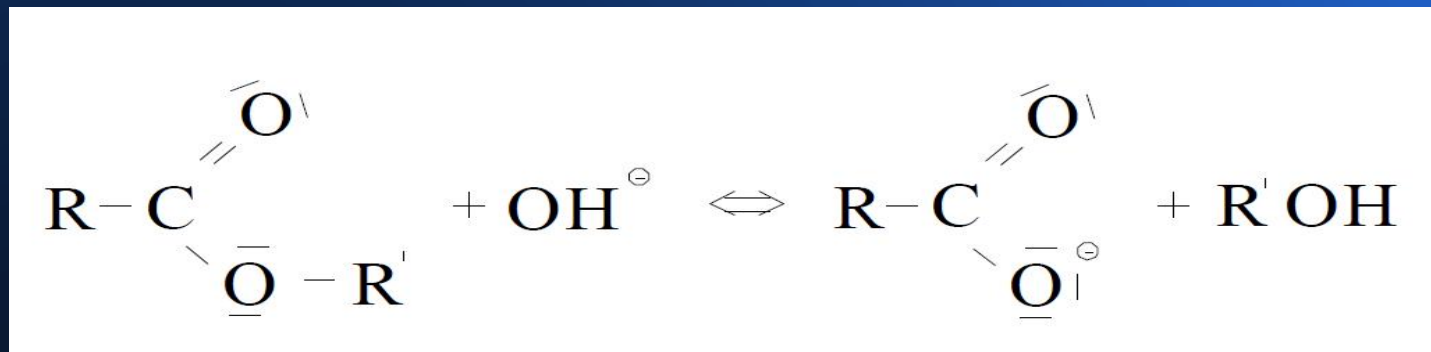
*Experimente.net*

# Ermittlung der Strukturformel

- Ist es Methansäuremethylester?

Nachweismöglichkeit von Estern:

- Spaltung des Esters durch *Verseifung* (hinzufügen von z.B. Natronlauge)



- Leitfähigkeit der Flüssigkeit nimmt ab



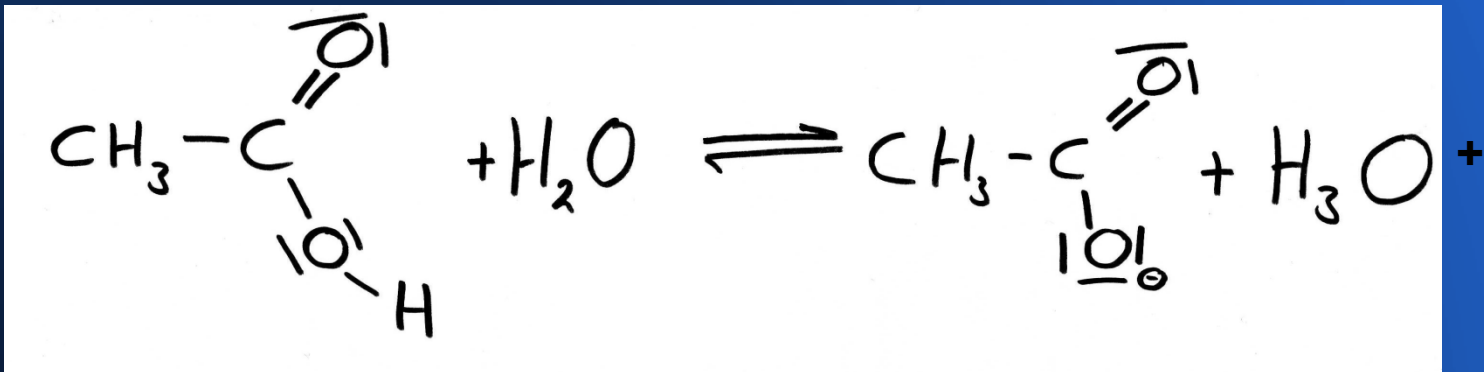
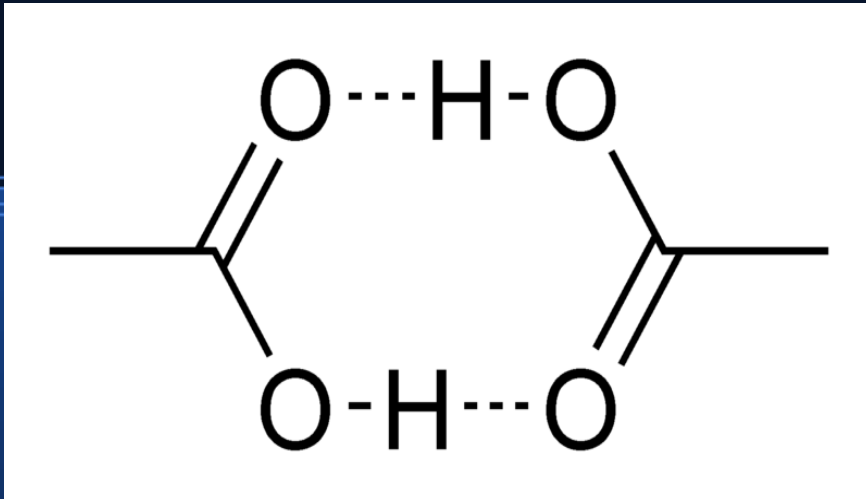
# Ermittlung der Strukturformel

- Ist es Essigsäure?

Nachweismöglichkeiten:

- stark polare Carboxylgruppe → Wasserstoffbrückenbindung untereinander
  - Hohe Siede- und Schmelztemperatur als z.B. das sehr ähnliche Propanal
- In Wasser: leitend → gibt Proton an Wassermolekül ab, Bildung von Oxoniumionen → saure Lösung pH-Wert < 7

- Wasserstoffbrückenbindung



- Bildung von Oxoniumionen in wässrigem Milieu

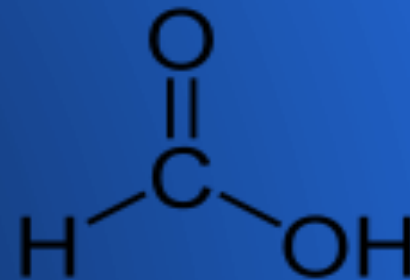
# Funktionelle Gruppen

- Atomgruppen in einer Verbindung
- Beeinflussen die Stoffeigenschaften und das Reaktionsverhalten

## Beispiele:

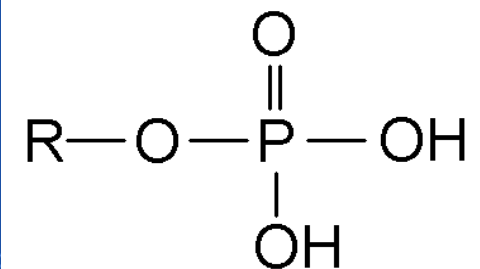
- Carboxylgruppe R-COOH

– Ameisensäure →



- Estergruppe R-COO-R

– Phosphorsäureester →



# Quellen

- Elemente Chemie II
- Uni Hannover: Massenspektroskopie Grundlagen.pdf
- [www.enius.de](http://www.enius.de) (Schadstoffe → Dioxine)
- Deutsche Gesellschaft für Massenspektrometrie
- Wikipedia

*Verwendete Zusatzprogramme:* Math Type

- <http://www.pk-applets.de/phy/thomson/thomson.html>

Danke fürs  
Zuhören!!!