

Organisch Chemisches Grundpraktikum Lehramt WS 2007/08

Name: Jan Schäfer

Datum: 11.1.08

Gruppe 7 Ketonnachweis

Reaktionsgleichung:

Siehe Fachliche Analyse

Zeitbedarf:

Vorbereitung: 15 min

Durchführung: 5 min

Nachbereitung: 2 min

Eingesetzte Substanzen:

Eingesetzte Stoffe	Summenformel	Menge	Gefahrensymbole	R-Sätze	S-Sätze	Einsatz in der Schule
Milchsäure	$C_3H_6O_3$	3 mL	Xi	38-41	26-39	S 1
Brenztraubensäure	H3C-CO-COOH	3 mL	C	34	2-26-36/37/39-45	S 1
Aceton	H3C-CO-CH3	3 mL	F, Xn	11-36-66-67	2-9-16-26	S 1
Cer(IV)-ammoniumnitrat	$(NH_4)_2Ce(NO_3)_6$	4 g	Xi, O	8-41	17-26-39	S 1
Bromthymolblaulösung (0,1 g in 100 mL EtOH)	$C_{27}H_{28}Br_2O_5S$	10 mL	F	11	7-16	S 1
2,4-Dinitrophenylhydrazin	$H_2N-NH-C_6H_3(NO_2)_2$	0,1 g	Xn, E	2-22-36/38	1/2-35	S 1
Salpetersäure (c = 2 mol/L)	$HNO_3(aq)$	10 mL	C	35	23-26-36/37/39-45	S 1
Natriumhydroxid	NaOH	0,06 g	C	35	1/2-26-37/39-45	S 1

Materialien:

9 Reagenzgläser, 6 Pipettenspitzen, 1 Pipettenhütchen

Durchführung:

Herstellung der Nachweisreagenzien:

Cernitratreagenz (Alkoholnachweis):

Man löst 4 g Cer(IV)-ammoniumnitrat in 10 mL Salpetersäure (c = 2 mol/L).

BTB-Reagenz (Carbonsäurenachweis):

Man löst 0,02 g Bromthymolblau und 0,6 g Natriumhydroxid in 100 mL Alkohol.

DNPH-Reagenz (Aldehyd und Ketonnachweis):

Man löst 0,1 g 2,4-Dinitrophenylhydrazin in 20 mL Salzsäure (c = 2 mol/L)

Nachweisdurchführung:

Man gibt je 3 mL der zu untersuchenden Flüssigkeiten (in unserem Fall Milchsäure, Brenztraubensäure und Aceton) in 3 Reagenzgläser und gibt danach mittels der Pipetten einige Tropfen der Nachweisreagenzien in die RG.



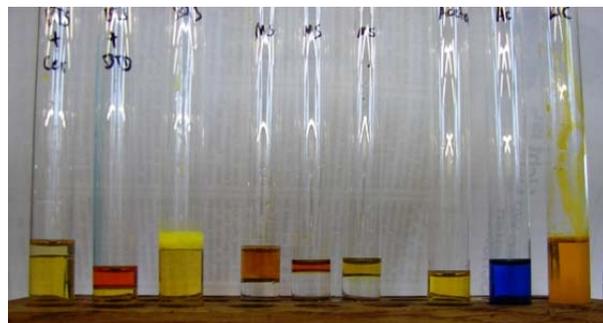
Der Cernitratnachweis (Alkoholnachweis) ist positiv, wenn sich eine Rotfärbung einstellt. (oben: Testsubstanzen vor den Nachweisen)

Der BTB-Nachweis (Säurenachweis) ist positiv, wenn die blaue Farbe nach rot umschwenkt.

Der DNPH-Nachweis (Ketone und Aldehyde) ist positiv, wenn sich ein gelber Niederschlag bildet.

Beobachtung:

(Bilderklärung rechts: in den ersten 3 RG ist je Brenztraubensäure, die nächsten 3 sind mit Milchsäure und die letzten 3 mit Aceton befüllt. Nun wird in das erste RG der 3 Gruppen der Alkoholnachweis in dem zweiten RG je der Säurenachweis und im dritten je der Ketonnachweis durchgeführt)



Wie man sehen kann, zeigt der **Alkoholnachweis** nur bei der Milchsäure (RG 4 v.l.) ein positives Ergebnis, da bei allen anderen die Cernitratlösung gelb blieb (RG 1 u. 7).

Der **Säurenachweis** fiel bei der Brenztraubensäure (RG 1) und bei der Milchsäure (RG 5) positiv aus, während beim Aceton (RG 8) die Lösung blau blieb.

Der **Ketonnachweis** fiel bei der Brenztraubensäure deutlich positiv aus (RG 3). Im Aceton (RG 9) bildete sich auch kurzzeitig ein Niederschlag, der sich allerdings wieder löste. Nach vermehrter Zugabe und nach einiger Zeit, erhielt man allerdings auch einen eindeutig positiven Nachweis. Bei der Milchsäure bildete sich kein Niederschlag (RG 6).

Entsorgung:

Die Lösungen der Nachweisreagenzien und die Reste in den Reagenzgläsern können neutral in die organischen Lösungsmittelabfälle entsorgt werden.

Fachliche Analyse:

Der Alkoholnachweis:

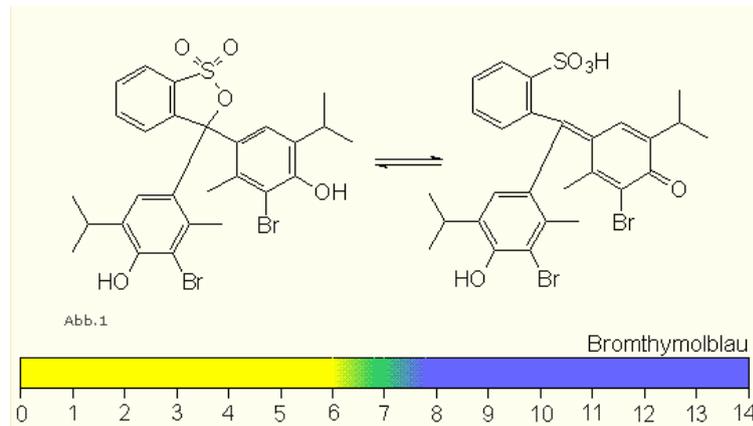
Der Alkoholnachweis mit Cernitrat beruht auf der Ausbildung einer tiefroten Komplexes. Dessen Zusammensetzung entspricht ungefähr: $[Ce(NO_3)_x(HOCH-R_2)_y]$

Dabei koordinieren die Sauerstoffelektronenpaare an dem zentralen Cer(IV)-Atom und verändern dessen Orbitalenergien so, dass der Komplex ein anderes Wellenspektrum absorbiert als der reine Cernitratkomplex.

Es handelt sich um einen sehr einfachen, unspezifischen, aber für Alkohole sicheren Nachweis. Mit Aldehyden kann allerdings auch eine leicht orange Färbung auftreten, die allerdings nicht im direkten Vergleich mit dem positiven Alkoholnachweis verwechselt werden kann.

Der BTB-Nachweis:

Der BTB-Nachweis ist ein ganz normaler Indikatornachweis. Die ethanolsche Bromthymolblaulösung wird vorher ja mit ein wenig NaOH basisch eingestellt, sodass sich alle Moleküle in der rechts dargestellten Form befinden, die eine blaue Farbe zeigt. Wenn nun dieses Molekül zu einer Säure gegeben wird, kann die Ketogruppe wieder protoniert werden, und die Molekülabsorption verändert sich zum Gelben hin.



(Quelle: <http://www.chemgapedia.de>)

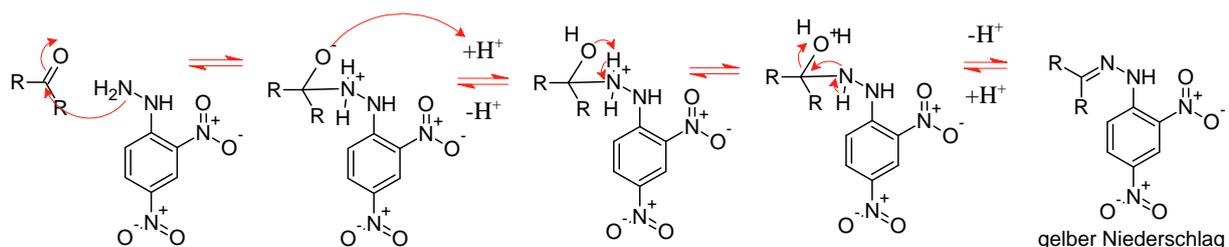
Dieser Nachweis ist nun nicht sehr speziell für Carbonsäuren, er zeigt lediglich einen sauren pH-Wert einer Lösung an (H^+ -Ionenkonzentration), doch dieser ist bei einer Säurenlösung ja bekanntlich niedrig.

Der DNPH-Nachweis:

Der DNPH-Nachweis beruht auf einer typischen S_N2 -Reaktion an der Carbonylgruppe. Deshalb ist er auch nicht nur für Ketone sondern auch für Aldehyde möglich. Um des Weiteren noch eine Unterscheidung zwischen Aldehyd und Keton vorzunehmen, könnte man noch sehr gut die Fehlingreaktion (siehe Protokoll Gruppe 9) durchführen, um endgültig zu klären, ob es sich um einen Aldehyd oder ein Keton handelt.

Die gebildete Schiffsche-Base (Imin) ist das Chromophor und schwer im wässrigen Milieu meist nur schwer löslich, weshalb sich ein gelber Niederschlag bildet.

Mechanismus der Iminbildung:



(Quelle: eigene)

Didaktische Analyse:

Der Versuch könnte gut als Abschlussexperimentiertag in der 11G.1 durchgeführt werden, weil ab diesem Zeitpunkt alle Funktionellen Gruppen bekannt sind. Man könnte sehr gut eine Stationsanalyse machen, bei der jeder Schüler eine unbekannt Verbindung erhält und diese mit den Unterschiedlichen Nachweismethoden identifizieren muss. Somit bekommen die Schüler schon mal einen ersten Einblick in die Analytik und die verschiedenen organischen funktionellen Gruppen prägen sich noch einmal gut bei ihnen ein.

Man könnte noch einige andere Versuche mit einbauen, z.B den Rojantest, Fehlingstest usw. (siehe Quelle PDN.7/47 Jg. 1998 Seite 11), um das Analysespektrum noch um weitere Klassen wie die Ester usw. zu erweitern.

Der apparative Aufwand dieses Versuches ist relativ hoch wenn man ihn für eine ganze Klasse durchführt.

Der finanzielle Aufwand ist nicht hoch aber da, da Cerammoniumnitrat in etwas größeren Mengen benötigt wird, und dieses auch nicht umsonst ist.

Die Effekte können meist gut beobachtet werden, aber z.B bei dem Alkoholtest der Milchsäure fand eine schnelle Entfärbung statt, so dass es zu Irrtümern unter den Schülern kommen kann. (Die Entfärbung beruht auf der Oxidation der Alkohole durch das Cer(IV)-Ion, da es unter sauren Bedingungen ein starkes Oxidationsmittel darstellt.)

Der Versuch ist auch als Schülerversuch durchführbar. Obwohl einige der Lösungen giftig sind, kann man davon ausgehen, dass ein Schüler nicht die geringe Menge auch noch trinken wird.

Der zeitliche Aufwand besteht vor allem in dem Ansetzen der unterschiedlichen Lösungen. Dies kann einige Minuten in Anspruch nehmen, da man genau wiegen muss und auch z.B die DNPH-Lösung einige Minuten lang kochen sollte um eine klare Lösung zu erzielen, was aber nicht unbedingt notwendig ist.

Literatur:

- Soester Liste Version 2.7
- Hessischer Lehrplan G8 der Chemie für Gymnasien
- <http://www.chemieunterricht.de/dc2/tip/juli1997.htm>