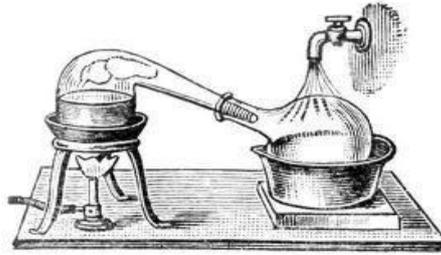


Aqua-regia



Labor

Synthese von Natriumamid (CAS Nr: 7782-92-5)



Eigenschaften des Produktes:

Im reinen Zustand ist es ein farbloses (weisses) Salz, die Farbe der weniger reinen Produkte ist grauweiss oder blassgelb. Der Schmelzpunkt liegt bei 210°C, und der Siedepunkt bei 400°C da liegt auch der Zersetzungspunkt. Ein Ammoniakstrom verhindert die Zersetzung. Im Vakuum ist es sublimierbar. Es reizt die Haut und die Schleimhaut stark! Es ist ein starkes Reduktionsmittel und ist sehr reaktionsfähig. Mit Wasser reagiert es Explosionsartig!

Mit Säuren, Oxidationsmitteln, chlorierten Kohlenwasserstoffen reagiert es mit ähnlicher Heftigkeit. Das Natriumamid oxidiert an der Luft langsam und daraus bilden sich gefährliche, explosive Peroxyde. Behälter mit altem Natriumamid erkennbar an der gelben Verfärbung darf nicht mehr geöffnet werden, da es explodieren kann.

Wegen diesen Eigenschaften müssen die nächsten Vorschriften eingehalten werden: Das Produkt stets mit Stickstoff überlagern und trocken lagern. Es kann auch unter Petroläther gelagert werden, oder eine Ätherische Aufschlammung kann auch verwendet werden. Am besten ist es wenn es immer frisch hergestellt oder gekauft wird. Vernichtet wird es wenn es unter Rühren mit Toluol und Alkohol vermischt wird.

Verwendung: Zur Synthese, Aminierung oder Kondensation so wie Reduktionsprozesse.

Seine Herstellung wird durch die Synthese von Natrium und Ammoniak auf zweifache Weise zustande kommen:

Bei der laboratorischen Herstellung wird das Natrium gewöhnlich in flüssigem Ammoniak gelöst mit Hilfe eines Katalysators. Die industrielle Methode: über geschmolzenes, heisses Natrium führen wir trockenes Ammoniak hinüber. In diesem Experiment werden wir die zweite Synthese anwenden.



Erforderliche Geräte:

2000 ml Rundkolben, 4 Bunsen-Stativen, Klemmen, Kolbenklammer, durchgebohrte Gummipfropfen, gebeugte Glasrohre, Gummirohre, 4 St. 40-50 cm Glasrohre, Reagenzglas, Brenner, 2 Gaswaschflaschen, Glaswolle.



Erforderliche Chemikalien, Gefahrquellen:



Natrium



Quecksilber



25% Ammoniaklösung, kaliumhydroxid oder Natronkalk

Die Gefahren des Natriumamids haben wir schon bei der Vorführung des Stoffes bekannt gemacht. Das Quecksilber ist giftig Das Ammoniak ist giftig, deshalb soll man das Experiment unter einem Abzug gemacht werden. Im Experiment soll man dafür sorgen, dass die Trocknung mit entsprechender Effektivität funktioniert und dass unter der Reaktion das Ammoniak in grossen Mengen verfügbar ist. Das ist sehr wichtig, wenn in den heissen Reaktionsraum Nässe oder Luft gelangt, kann der Apparat explodieren! Das Tragen der persönlichen Schutzausrüstung ist selbstverständlich!



Durchführung:

In einem 2000 ml Kolben der in einem Stativ gespannt wird geben wir nun 1,5-2 Liter Ammoniak das möglichst konzentriert ist aber mindestens 25%. Es kann auch aus der Stahlflasche entnommen werden. Der Kolben wird mit einem Gummistopfen der 2-Löcher hat verschlossen und das eine der Glasrohre wird in ein Reagenzglas gesteckt das 5-6 cm Quecksilber enthält, dies dient als Überdruckventil, sollte kein Quecksilber verfügbar sein, kann 30-40 cm Petrol oder Hexan verwendet werden. Der Grund ist folgender, sollte die Anlage verstopfen, kann das Ammoniak hier entweichen.



Der zusammenstellte Apparat



Zwischengebaute Rückschlagventil (nicht erforderlich)



Trocknungsturm von Glasrohren



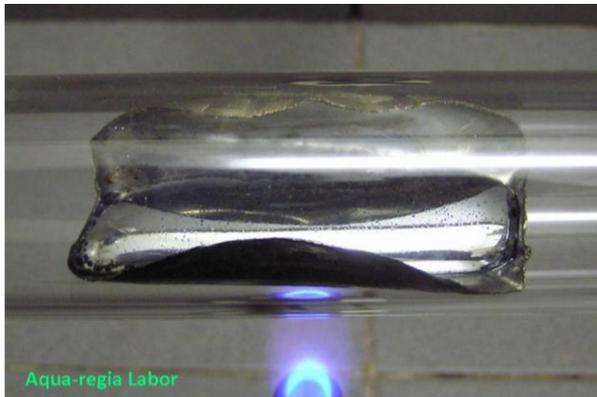
Quecksilber Überdruckventil

Das andere Glasrohr wird mit einem Gummischlauch mit 2 Gaswaschflaschen verbunden. Beim montieren darauf achten dass nichts in die Apparatur gezogen wird! Die eine Flasche wird zu einem Drittel mit Paraffinöl gefüllt.

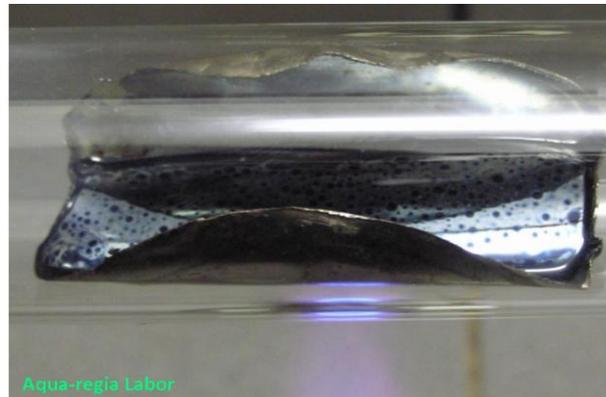
Dahinter werden 3 Gastrockner¹ die mit Natronkalk oder Kaliumhydroxyd Schuppen gefüllt sind ein geschaltet. Die trockentürme werden senkrecht im Stativ eingespannt. Die Rohre werden mit Glaswolle, die als Filter dient leicht verschlossen.

Die Enden der der Rohre werden in den Abzug gelegt. Die Ammoniak Lösung wird schwach erwärmt so dass die Lösung nicht siedet, ca. 6-8 Blasen/sec. Mit dem Ammoniak wird die Anlage gespült so dass keine Luft mehr enthalten ist.

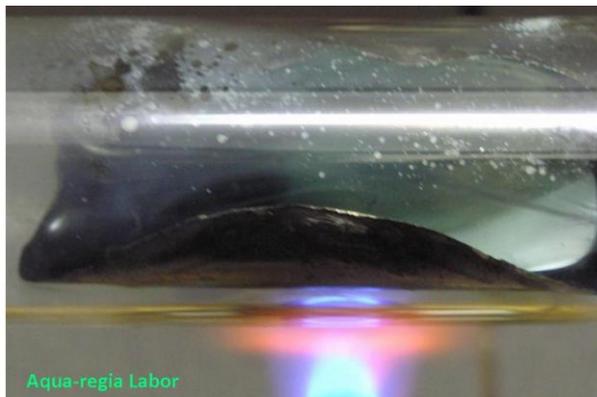
In dieser Zeit wird 6-10g reines krustenfreies Natrium eingewogen, dieses wird dann in ein Eisen oder Nickelschiffchen eingewogen und in das Glasrohr geschoben. Wenn das Ammoniak die Luft und Feuchtigkeit aus dem System vertrieben hat, wird das Glasrohr mit dem Schiffchen mit einer Gasflamme erwärmt, es muss sorgfältig erwärmt werden und gleichmässig, dass überschüssige Ammoniak wird in den Abzug geleitet. Das glänzende Natrium wird rasch grau und verdunkelt sich weiter, es bildet sich eine gelbweisse Flüssigkeit die langsam sublimiert. Nach 1- 1,5 Stunden ist die Reaktion beendet. Es wird dann langsam im Ammoniakstromm abgekühlt.



Geschmolzenes Natrium



Die blau Flecken zeigen den Reaktionsbeginn



Die Umwandlung ist gut sichtbar



Sublimiertes Natriumamid

Die Umsetzung kann folgendermassen beobachtet werden: Die Abgase werden unter Quecksilber aufgefangen und auf Wasserstoff geprüft, mit Hilfe der Knallgasprobe. Wenn kein Wasserstoff mehr gebildet wird ist die Reaktion beendet.

Aus dem kalten Glasrohr wird mit Hilfe eines Metalldrahtes das Amid aus dem Rohr herausgekratzt und am besten in eine dichte Glasflasche verpackt die mit Argon oder Stickstoff inertisiert wurde eingefüllt es kann auch Petrolether verwendet werden. Das Amin kann in einer Porzelschale pulverisiert werden, dies muss aber sehr schnell geschehen wegen der Luftfeuchtigkeit.



Abgekühlter Reaktionsrohr



Herausgekratztes Natriumamid

Für grössere Mengen kann der Versuch auch kontinuierlich laufen. Es ist aber auf die Kapazität der Trockensäulen und Ammoniak zu achten².



Bemerkungen:

1 Diese können wir aus 2-3 dickeren Glasrohren herstellen.

2 Erfahrungen von mir: Für die Umwandlung von 10 g Na wird die Konzentration von 1500 ml 25% Ammoniak auf ca. 10-12% verdünnen, die Trockensäulen sind für 3-4 Ansätze ausgelegt.



Grob pulverisiertes Natriumamid, Ausbaute praktisch 100%.



Entsorgung:

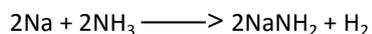
Die-mit Natriumamid verschmutzten-Geräte werden auf ein Tablett gesammelt und ein paar Tage lang an der freien Luft oder in der Nische stellen gelassen und mit Wasser vorsichtig abgespült. Der Abfall von Natriumamid vernichten wir so, dass wir es mit Toluol abdecken und vorsichtig Alkohol dazugeben. Im Kolben gebliebene Ammoniak-Lösung gießen wir in eine Flasche, aber wir bestimmen ihre Konzentration mit der Hilfe des Areometers, und schreiben die Konzentration auf. Das Quecksilber in seine Flasche zurückgegossen.



Erfahrungen, Ergebnisse, Erklärungen:

Von der Ausgangsquantität des Natriums von: 8,10 g (0,352 M). Wird 13,66 g. Amid gebildet:
Theoretische Ausbaute: 13,73 g, praktische Ausbaute: 13,66 g (99,5%), praktisch quantitativ.

Das Natrium, das über 300°C erhitzt ist, reagiert mit trockenem Ammoniak nach der Gleichung



Das Erscheinen von blauen Flecken an die Oberfläche des geschmolzenen glänzenden Natriums zeigt der

Beginn der Reaktion, danach wird das Metall graduell verdunkelt und das Reaktionsprodukt wird als eine gelbweisse Flüssigkeit zerfließen und sublimieren.



Literatur:

Lengyel Béla: Általános és szervetlen kémiai praktikum II. Tankönyvkiadó Budapest, 1967
G.Jander-E.Blasius:Lehrbuch der analytischen und preparativen anorganischen Chemie S.Hirzel Verlag Leipzig 1962.



Zeitaufwand:

20.02.2008 Zur Durchführung des Experimentes nötige Zeit: 2 Stunden