**Schulchemiezentrum**

**Dipl. Ing (FH) Wolfgang Proske**

**Bahnhofstr. 18, 06895 Zahna**

**Tel: 034924 / 20648, Fax: 034924 / 20011**

**www. schulchemiezentrum. de,**

**wolfgang\_proske@ web.de**

**Workshop**

**Tüpfelanalytik, eine interessante Möglichkeit zum gefahrlosen und zeitsparenden Experimentieren im Chemieunterricht**

**Herstellungsvorschriften für die erforderlichen Reagenzien**

***Die in dieser Übersicht beschriebenen Reagenzien sind haltbar, frisch herzustellende Reagenzien finden sich in der Experimentieranleitung.***

**Acetatpuffer für Puffer-Experimente und zum Zink-Nachweis:**

27,2 g Natriumacetat-3hydrat in 50 ml Wasser lösen, 12 ml Eisessig zugeben und mit Wasser zu 100 ml auffüllen.

##### Aceton-Reagenz nach AB2 DL – DDR (Dinatriumpentacyanonitrosylferrat RM)

0,25 g Natriumnitroprussid wird in einer Reibschale mit 50 g Ammoniumsulfat und 50 g wasserfreien Natriumcarbonat sorgfältig miteinander verrieben.

**Alizarin S – Lösung:**

1 g Alizarin S (alizarinsulfonsaures Natrium) wird in Wasser gelöst und zu 100 ml aufgefüllt.

**Aluminiumchlorid-Lösung 0,1 mol/l:**

2,41 g Aluminiumchlorid - 6hydrat Wasser lösen und zu 100 ml auffüllen.

**Ammoniak-Lösung 10 %:**

40 ml 25 %ige Ammoniaklösung mit Wasser zu 100 ml auffüllen.

**Ammoniumacetat-Puffer zum Eisen-Nachweis:**

In einem 100 ml Maßkolben werden 40 g Ammoniumacetat trocken eingewogen, mit sehr wenig Wasser in eine Konsistenz von schmelzendem Schnee gebracht, mit 50 ml Eisessig versetzt und nach Auflösung mit Wasser zur Eichmarke aufgefüllt.

**Ammoniumcer(IV)Nitrat-Lösung:**

14 ml 65 %ige Salpetersäure werden mit 50 ml Wasser gemischt. In dieser Mischung werden 10 g Ammoniumcer(IV)Nitrat gelöst und danach wird mit Wasser zu 100 ml aufgefüllt. .Die Lösung muss in einer Flasche aus braunem Glas aufbewahrt werden. Solange die Lösung gelb gefärbt ist, ist sie verwendbar, eine farblose Lösung ist unbrauchbar!

**Ammoniumchlorid-Lösung 2 mol/l:**

10,7 g Ammoniumchlorid in Wasser lösen und zu 100 ml auffüllen.

**Ammoniumcitrat-Lösung (Cu I):**

75 g Citronensäure in 100 ml Wasser lösen, unter Kühlung mit 95 ml 25 %iger Ammoniaklösung versetzen und mit Wasser zu 250 ml auffüllen.

**Ammoniumoxalat-Lösung, essigsauer:**

4 g Ammoniumoxalat werden in einer Mischung von 80 ml Wasser und 5 ml Eisessig weitgehend gelöst und zu 100 ml aufgefüllt. Danach wird die Lösung filtriert.

**Ammoniumthiocyanat-Lösung:**

5 g Ammoniumthiocyanat in Wasser lösen und zu 100 ml auffüllen.

**Ammoniumthiocyanat-Lösung 0,1 mol/l:**

0,76 g Ammoniumthiocyanat in Wasser lösen und zu 100 ml auffüllen.

##### Bariumchlorid-Lösung 0,05 mol/l:

1,22 g Bariumchlorid - 2hydrat in Wasser lösen und zu 100 ml auffüllen.

**Baeyer’s Reagenz:**

Lösung I: 0,02 mol/l Kaliumpermanganat-Lösung (3,16 g/l)

Lösung II: Natriumcarbonat-Lösung (100 g/l Natriumcarbonat -10hydrat in Wasser)

Vor Gebrauch gleiche Volumenteile Lösung I und II mischen.

**Bromkresolgrün-Lösung:**

100 mg Bromkresolgrün in Ethanol (Brennspiritus) lösen und zu 100 ml auffüllen

**Bromphenolblau-Lösung:**

100 mg Bromphenolblau in Ethanol (Brennspiritus) lösen und zu 100 ml auffüllen

**Bromthymolblau-Lösung:**

100 mg Bromthymolblau in Ethanol (Brennspiritus) lösen und zu 100 ml auffüllen

**Calciumchlorid-Lösung 0,1 mol/l:**

2,19 g Calciumchlorid - 6hydrat Wasser lösen und zu 100 ml auffüllen.

**Calconcarbonsäure-Verreibung:**

1 g Calconcarbonsäure mit 100 g Natriumchlorid in einer Reibschale miteinander verreiben.

**Cuprizon-Lösung (Cu II):**

0,5 g Cuprizon (Oxalsäurebis(cyclohexylidenhydrazid) in 100 ml 50 vol%igen Ethanol unter Erwärmen lösen.

**Diammoniumhydrogenphosphat-Lösung 2,5 mol/l:**

33 g Diammoniumhyrogenphosphat werden in Wasser gelöst und zu 100 ml aufgefüllt.

**α, α – Dipyridyl-Lösung:**

100 mg α, α - Dipyridyl werden in 10 ml Wasser gelöst.

**Eisen (III)chlorid-Lösung 50 gl/l:**

5 g Eisen (III) Chlorid 6hydrat und 1 ml konzentrierte Salzsäure werden in Wasser gelöst und zu 100 ml im Maßkolben aufgefüllt.

**Eisen (III)Chlorid-Lösung 0,1 mol/l:**

2,72 g Eisen (III) Chlorid -6hydrat in Wasser lösen und zu 100 ml auffüllen.

**Essigsäure 25 %:**

25 ml Eisessig werden mit Wasser zu 100 ml aufgefüllt.

**Essigsäure 1 mol/l:**

6.0 ml Eisessig mit Wasser zu 100 ml auffüllen.

**Essigsäure 0,1 mol/l:**

0,6 ml Eisessig mit Wasser zu 100 ml auffüllen.

**Fehling I:**

7 g Kupfersulfat – 5hydrat in Wasser lösen und zu 100 ml auffüllen.

**Feigl’s Reagenz:**

20 mg Dimethylaminobenzylidenrhodanin werden in 100 ml Aceton gelöst.

**Iod-Kaliumiodid-Lösung nach Lugol:**

1 g Iod wird mit 2g Kaliumiodid trocken gemischt und durch tropfenweisen Zusatz von Wasser in Lösung gebracht. Ist alles gelöst, wird mit Wasser zu 300 ml aufgefüllt.

**Iod-Lösung 0,05 mol/l:**

12,7 g Iod werden mit 25 g Kaliumiodid trocken gemischt und durch tropfenweisen Zusatz von Wasser in Lösung gebracht. Die Auflösung erfolgt endotherm. Ist alles gelöst, wird der Ansatz quantitativ in einen 1000 ml Maßkolben überführt und mit Wasser bis zur Ringmarke aufgefüllt.

**Kalignost – Lösung:**

1 g Kalignost (Natriumtetraphenylboranat) wird in Wasser gelöst und zu 100 ml aufgefüllt.

Diese Substanz ist nicht ganz billig und die Lösung nicht unbegrenzt haltbar. Es empfiehlt

sich daher, nur das tatsächlich benötigte Volumen der Lösung anzusetzen.

**Kaliumbromid-Lösung 0,1 mol/l:**

1,19 g Kaliumbromid in Wasser lösen und zu 100 ml auffüllen.

**Kaliumchlorat-Lösung 0,1 mol/l:**

1,22 g Kaliumchlorat in Wasser lösen und zu 100 ml auffüllen.

**Kaliumchlorid-Lösung 0,1 mol/l:**

745 mg Kaliumchlorid in Wasser lösen und zu 100 ml auffüllen.

**Kaliumhexacyanoferrat (II) - Lösung:**

5 g Kaliumhexacyanoferrat (II) in Wasser lösen und zu 100 ml auffüllen.

**Kaliumiodid-Lösung 0,1 mol/l:**

1,66 g Kaliumiodid in Wasser lösen und zu 100 ml auffüllen.

**Kaliumpermanganat-Lösung 0,02 mol/l:**

330 mg Kaliumpermanganat werden in Wasser lösen und zu 100 ml auffüllen.

**Kupfersulfat-Lösung (Fehling I):**

7 g Kupfersulfat – 5hydrat in Wasser lösen und zu 100 ml auffüllen.

**Kupfersulfat-Lösung 0,1 mol/l:**

2,5 g Kupfersulfat – 5hydrat werden in Wasser gelöst und zu 100 ml aufgefüllt.

**Magnesiamixtur:**

10 g Ammoniumchlorid, 10 g Magnesiumchlorid – 6hydrat und 5 ml 25 %ige Ammoniaklösung werden mit Wasser zu 100 ml aufgefüllt.

**Mangansulfat-Lösung 0,1 mol/l:**

1.69 g Mangan(II)Sulfat-Monohydrat in Wasser lösen und zu 100 ml auffüllen.

**Methylorange-Lösung:**

100 mg Methylorange in Wasser lösen und zu 100 ml auffüllen.

**Methylrot-Lösung:**

100 mg Methylrot in Ethanol (Brennspiritus) lösen und zu 100 ml auffüllen

**Natriumacetat-Lösung gesättigt:**

65 g Natriumacetat-3hydrat werden mit 100 ml Wasser kräftig durchgeschüttelt.

Bei Bedarf wird benötigte Menge durch Filtration vom Bodensatz abgetrennt.

**Natriumcarbonat-Lösung 0,1 mol/l:**

2,86 g Natriumcarbonat-10hydrat in Wasser lösen und zu 100 ml auffüllen.

**Natriumchlorid-Lösung 0,1 mol/l:**

584 mg Natriumchlorid in Wasser lösen und zu 100 ml auffüllen.

**Natriumfluorid-Lösung gesättigt:**

5 g Natriumfluorid wird mit 100 ml Wasser kräftig durchgeschüttelt.

Bei Bedarf wird benötigte Menge durch Filtration vom Bodensatz abgetrennt.

**Dinatriumhydrogenphosphat-Lösung 0,1 mol/l:**

1,78 g Dinatriumhydrogenphosphat-2hydrat oder 3,58 g Dinatriumhydrogenphosphat-10hydrat in Wasser lösen und zu 100 ml auffüllen.

**Natriumnitrat-Lösung 0,1mol/l:**

849 mg Natriumnitrat in Wasser lösen und zu 100 ml auffüllen.

**Natriumnitrit-Lösung 0,1mol/l:**

690 mg Natriumnitrit in Wasser lösen und zu 100 ml auffüllen.

**Natriumsulfid-Lösung (DAB 6):**

5 g kristallisiertes Natriumsulfid d in einer Mischung aus 10 ml Wasser und 30 ml Glycerin (85 %) lösen. Das Natriumsulfid muss farblos wie Eis sein, sonst mit wenig dest. Wasser mehrmals alle gelben Verunreinigungen abspülen. Die Lösung ist haltbar und ist durch Glycerin stabilisiert. Die Lösung wird in eine gut verschlossene Flasche gefüllt und nach einigen Tagen über ein angefeuchtetes Wattefilter filtriert und in 10 ml Tropfflaschen abgefüllt. **Wattefilter:** in das Trichterrohr Watte stopfen, dient zur Entfernung von Schwermetallverunreinigungen. Glycerin stabilisiert die Lösung. Wichtig ist, dass ein völlig farbloses, wie Eis aussehendes Natriumsulfid verwendet wird. Ist das vorhandene Natrium -Sulfid durch längere Lagerung gelbgefärbt, muss dieses solange mehrmals mit wenig dest. Wasser abgespült werden, so dass es völlig farblos und der letzte Gelbstich verschwunden ist.

**Natriumthiosulfat-Lösung 0,1 mol/l:**

2,48 g Natriumthiosulfat-5hydrat in Wasser lösen und zu 100 ml auffüllen.

**Natronlauge 1 mol/l:**

4 g Natriumhydroxid oder 10 ml 33 %ige Natronlauge (D = 1,36 g/l, 11 mol/l) oder 6 ml

45 %ige Natronlauge (D = 1,47 g/l, 17 mol/l) mit Wasser zu 100 ml auffüllen.

**Natronlauge 0,1 mol/l:**

10 ml Natronlauge 1 mol/l mit Wasser zu 100 ml auffüllen.

**Nitrit-Reagenz:**

0,3 g Naphthylethylendiammoniumdichlorid, 1,5 g Sulfanilsäure und 100 g Natriumchlorid werden sorgfältig miteinander in einer Reibschale verrieben

Das Gemisch wird in einer dicht verschlossenen Braunglasflasche aufbewahrt.

Das Reagenz ist sehr empfindlich gegenüber Feuchtigkeit, deshalb nur mit einem absolut trockenen Spatel entnehmen. Feuchtigkeit macht das Reagenz unbrauchbar!!!

Nach längerer Aufbewahrung wird das Reagenz etwas dunkler, ist aber trotzdem verwendbar.

**Oxalsäure-Lösung 0.5 mol/l:**

6,3 g Oxalsäure 2hydrat werden in Wasser lösen und zu 100 ml auffüllen.

**Oxalsäure-Lösung 0.05 mol/l:**

0,63 g Oxalsäure 2hydrat werden in Wasser gelöst und zu 1000 ml aufgefüllt.

**1.10 Phenanthrolin-Lösung:**

100 mg 1.10 Phenanthrolin werden in 10 ml Wasser gelöst.

**Phenolphthalein-Lösung:**

100 mg Phenolphthalein in Ethanol (Brennspiritus) lösen und zu 100 ml auffüllen.

**pH-Indikatoren (Einzelindikatoren)**

***Stammlösungen 1mg/ml = 1 g/l***

***Alizarin 100 mg in 100 ml Ethanol lösen***

Alizarin S 100 mg in 100 ml destilliertem Wasser lösen

Alizaringelb GG 100 mg in 100 ml Ethanol lösen

Bromkresolgrün 100 mg in 100 ml Ethanol lösen

Bromcresolpurpur 100 mg in 100 ml Ethanol lösen

Bromphenolblau 100 mg in 100 ml Ethanol lösen

Bromthymolblau 100 mg in 100 ml Ethanol lösen

o-Cresolphthalein 100 mg in 100 ml Ethanol lösen

Cresolrot 100 mg in 100 ml Ethanol lösen

Dimethylgelb 100 mg in 100 ml Ethanol lösen

Indigocarmin 100 mg in 100 ml destilliertem Wasser lösen

Metanilgelb 100 mg in 100 ml Ethanol lösen

Methylorange 100 mg in 100 ml destilliertem Wasser lösen

Methylrot 100 mg in 100 ml Ethanol lösen

Naphtholphthalein 100 mg in 100 ml Ethanol lösen

Neutralrot 100 mg in 100 ml Ethanol lösen

Nitrazingelb 100 mg in 100 ml Ethanol lösen

4-Nitrophenol 100 mg in 100 ml Ethanol lösen

Phenolrot 100 mg in 100 ml Ethanol lösen

Phenolphthalein 100 mg in 100 ml Ethanol lösen

Salicylgelb (Alizaringelb GG) 100 mg in 100 ml Ethanol lösen

Thymolblau 100 mg in 100 ml Ethanol lösen

Thymolphthalein 100 mg in 100 ml Ethanol lösen

***Für die Experimente auf der Tüpfelplatte werden 2,5 ml Stammlösung mit Ethanol (Brennspiritus) zu 10 ml aufgefüllt.***

**Phosphatpuffer für Puffer-Experimente:**

22,8 g Dikaliumhydrogenphosphat und 13,6 g Kaliumdihydrogenphosphat in Wasser lösen und zu 100 ml auffüllen.

**Phosphatreagenz I:**

2,5 g Ammoniummolybdat in 100 ml destilliertem Wasser lösen, 16,5 ml konzentrierter Schwefelsäure zugeben und mit destilliertem Wasser zu 250 ml auffüllen

**Phosphatreagenz II:**

2,5 gZinn (II)Chlorid - 2hydrat in 100 ml Glycerin lösen

**Phosphorsäure 25 %:**

20 ml 85 %ige Phosphorsäure (D = 1,7 g/ml, 14,65 mol/l) werden mit Wasser zu 100 ml aufgefüllt.

**Pufferlösungen**

**pH 1 - 13 (1 pH -Einheit)**

***Die angegebenen Substanzen sind in Wasser zu lösen und auf 1000 ml aufzufüllen.***

**pH - Wert Substanzen auf 1000 ml auffüllen**

**pH 1,00:**  3,73 g Kaliumchlorid und 134 ml 1 mol/l Salzsäure

**pH 2,00:**  6,43 g Citronensäure - Monohydrat, 3,58 g Natriumchlorid

und 8,2 ml 1 mol/l Salzsäure

**pH 3,00:** 8,47 g Citronensäure - Monohydrat, 3,49 g Natriumchlorid

und 20,6 ml 1 mol/l Natronlauge

**pH 4,00:** 11,76 g Citronensäure - Monohydrat, 2,57 g Natriumchlorid

und 68,0 ml 1 mol/l Natronlauge

**pH 5,00:** 20,26 g Citronensäure -Monohydrat und 194,6 ml 1 mol/l Natronlauge

**pH 6,00:** 12,53 g Citronensäure - Monohydrat und 159,6 ml 1 mol/l Natronlauge

**pH 7,00:** 3,52 g Kaliumdihydrogenphosphat und 7,26 g Dinatriumhydrogenphosphat -

2hydrat

**pH 8,00:** 4,77 g Natriumtetraborat - 10hydrat und 20,5 ml 1 mol/l Salzsäure

**pH 9,00:** 4,77 g Natriumtetraborat - 10hydrat und 4, 6 ml 1 mol/l Salzsäure

**pH 10,00:** 4,77 g Natriumtetraborat - 10hydrat und 18,3 ml 1 mol/l Natronlauge

**pH 11,00:** 3,84 g Glycin, 2,99 g Natriumchlorid und 48,9 ml 1 mol/l Natronlauge

**pH 12,00:** 3,42 g Glycin, 2,67 g Natriumchlorid und 54,5 ml 1 mol/l Natronlauge

**pH 13,00:** 0,375 g Glycin, 0,222 g Natriumchlorid und 95,0 ml 1 mol/l Natronlauge

**Salpetersäure 1 mol/l:**

7, 0 ml 65 %ige Salpetersäure (D = 1,4 g/ml, 15 mol/l) mit Wasser zu 100 ml auffüllen.

**Salzsäure 10 %:**

24 ml 37 %ige Salzsäure (D = 1,19 g/ml, 12 mol/l) mit Wasser zu 100 ml auffüllen.

**Salzsäure 1 mol/l:**

8, 3 ml 37 %ige Salzsäure (D = 1,19 g/ml, 12 mol/l) mit Wasser zu 100 ml auffüllen.

**Salzsäure 0,1 mol/l:**

10 ml Salzsäure 1 mol/l mit Wasser zu 100 ml auffüllen.

**Schiff’s Reagenz:**

0,5 g Fuchsin werden in 15 ml 1 mol/l Salzsäure gelöst und mit einer Lösung von 0,5 – 1 g Kalium – oder Natriumdisulfit gemischt. Den Ansatz 24 Stunden dunkel stehen lassen und danach mit 0,5 g gepulverter Aktivkohle durchschütteln und filtrieren, bis er völlig farblos ist.

Das Reagenz sollte, wenn möglich fertig gekauft werden, da Fuchsin als cancerogene Substanz eingestuft ist!!

**Schwefelsaure Kaliumpermanganat-Lösung:**

Lösung I: 0,02 mol/l Kaliumpermanganat-Lösung

Lösung II: 3 mol(l Schwefelsäure

Bei Bedarf werden 1 Volumenteil Lösung mit 3 Volumenteilen Lösung II gemischt.

**Schwefelsäure 3 mol/l:**

16,5 ml 96 %ige Schwefelsäure werden mit Wasser auf 100 ml aufgefüllt.

**Schwefelsäure 1 mol/l:**

5,6 ml 96 %ige Schwefelsäure werden Wasser auf 100 ml auffüllen.

**1 %ige Silbernitrat-Lösung:**

1 g Silbernitrat in destilliertem Wasser lösen und zu 100 ml auffüllen. Braunglasflasche !!!

**Thymolblaulösung:**

100 mg Thymolblau in Ethanol (Brennspiritus) lösen und zu 100 ml auffüllen

**Titangelb-Lösung:**

100 mg Titangelb werden in Wasser gelöst und zu 100 ml aufgefüllt.

**Universalindikator nach Mc. Crumb modifiziert:**

20 mg Methylrot, 20 mg Phenolphthalein, 40 mg Thymolblau und 40 mg Bromthymolblau werden in einer Reibschale mit 2 ml 0,1 mol/l Natronlauge verrieben. Mit Leitungswasser wird der Inhalt der Reibschale quantitativ in einen 100 ml Maßkolben, welcher 20 ml Ethanol (Brennspiritus) enthält, überführt. Nach gutem Mischen wird mit Leitngswasser bis zum Eichstrich aufgefüllt. Die Lösung muss dunkelgrün gefärbt sein.

**6 %ige Wasserstoffperoxid-Lösung:**

10 ml 30 %iges Wasserstoffperoxid werden mit Wasser zu 50 ml aufgefüllt.

**3 %ige Wasserstoffperoxid-Lösung:**

10 ml 30 %iges Wasserstoffperoxid werden mit Wasser zu 100 ml aufgefüllt.

**Xylenolorange-Verreibung:**

1 g Xylenolorange mit 100 g Natriumchlorid in einer Reibschale sorgfältig miteinander verreiben.

**Zinkchlorid-Iod-Lösung (Chlor-Zink-Iod) zum Cellulose-Nachweis nach Behrens:**

20 g Zinkchlorid und 6,5 g Kaliumiodid werden in 10,5 ml Wasser gelöst. Nach Zusatz von 0,5 g Iod wird 15 min lang geschüttelt und falls erforderlich filtriert.

**Zinkiodid-Stärke-Lösung:**

Diese Lösung ist handelsüblich, eine Selbstherstellung kann nach folgender Rezeptur erfolgen

Rezeptur des DAB 6

„4 g lösliche Stärke und 20 g Zinkchlorid werden in 100 ccm siedenden Wasser gelöst.

Der erkalteten Flüssigkeit wird die farblose, durch Erwärmen frisch bereitete Lösung

von 1 g Zinkfeile und 2 g Jod in 10 ccm Wasserhinzugefügt, hierauf die Flüssigkeit

zu 1 Liter verdünnt und filtriert. Jodzinkstärkelösung ist farblos, nur wenig opaleszierend. Eine Mischung aus 1 ccm Jodzinkstärkelösung und 20 ccm Wasser darf sich nach Zusatz von verdünnter (1 + 5) Schwefelsäure nicht blau färben, muß aber durch 1 Tropfen Jodlösung (1/10 Normal) stark blau gefärbt werden.“

**Hinweise:**

Kartoffelstärke in Wasser einrühren, wie Puddingpulver. Diese Suspension ist unter Umrühren mit einem Glas-Stab in die kochende Zinkchlorid-Lösung einzutragen und aufzukochen. 1,5 - 2 g Zinkstaub und 2 g Iod werden in einem 50 ml Becherglas mit 10 ml Wasser solange erwärmt, bis die braune Iod-Farbe verschwunden ist. Es muss noch ein wenig Zink in der Lösung sein. Erst am nächsten Tag vereinigt man beide Lösungen und füllt im Maßkolben auf 1000 ml auf. Eine leichte Blaufärbung ist durch tropfenweise Zugabe von 0,1 mol/l Natriumthiosulfat-Lösung unter Umschütteln zu beseitigen.

**Zinksulfat-Lösung 0,1 mol/l:**

2,78 g Zinksulfat – 7hydrat in Wasser lösen und zu 100 ml auffüllen.