**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**

**Theoretische Grundlagen zu den Experimenten**

**Platz 1: Bestimmung des Umschlagsbereiches von pH-Indikatoren**

**Platz 2: Tüpfelreaktionen auf Küchenkrepp**

**Platz 3: Nachweis von Kationen (Reinstoffe)**

3.1. Klassische Kationennachweise

3.2. Kationennachweise mit organischen Spezialreagenzien

**Platz 4: Nachweis von Anionen (Reinstoffe)**

4.1. Klassische Anionennachweise

4.2. Anionennachweise mit organischen Spezialreagenzien

**Platz 5: Nachweis organischer Stoffe und funktioneller Gruppen (Reinstoffe)**

**Platz 6: Ionennachweise in Haushaltsprodukten**

6.1. Aluminiumnachweis in essigsaurer Tonerde

6.2. Untersuchung eines Alaunstiftes

6.3. Untersuchung von Gips

6.4. Calciumnachweis in Brausetabletten

6.5. Nachweis von Carbonationenen

6.6. Nachweis von Chloridionen

6.7. Iodatnachweis im Iodsalz

6.8. Nachweis von Kaliumionen

6.9. Untersuchung von Bittersalz

6.10. Magnesiumnachweis in Brausetabletten

6.11. Nitritnachweis im Pökelsalz

6.12. Nitrat in Kalisalpeter und Blumendünger

6.13 Nitratnachweis im Radieschen

6.14. Phosphatnachweis in Wurst

6.15. Zink in Zinksalbe

**Platz 7: organische Stoffe in Haushaltsprodukten**

7. 1. Ascorbinsäure in Brausetabletten

7. 2. Nachweis von Ethanol

7. 3. Untersuchung von Nagellackentferner

7. 4. Untersuchung von Pinselreiniger

7. 5. Stärkenachweis

**Platz 8: Redoxreaktionen**

8. 1. Reaktion von Wasserstoffperoxid mit Kaliumpermanganat in schwefelsaurer Lösung

8. 2. Reaktion von Sulfidionen mit Iodlösung

8. 3. Oxidation von Mangan (II)ionen in alkalischer Lösung

8. 4. Redoxverhalten von Nitrat – und Nitritionen

8. 5. Reduktion von Nitrat zu Nitrit

8. 6. Oxidation von Bromid – und Iodidionen mit Natriumhypochlorit

8. 7. Oxidation von Iodidionen mit Wasserstoffperoxid

8. 8. Reaktion von Eisen(II)sulfat mit Kaliumpermanganat in schwefelsaurer Lösung

8. 9. Reduktion von Permanganat durch Sulfit bei unterschiedlichen pH-Werten

8.10.Oxidation von Sulfit durch Iod

**Platz 9: Experimente zur Komplexchemie**

9. 1. Nachweis von Zinkionen mit Kaliumhexacyanoferrat (II)

9. 2. Nachweis von Calciumionen mit Kaliumhexacyanoferrat (II) und Ammoniumchlorid

9. 3. Bildung von Kupfertetraminkomplexen

9. 4. Komplexgleichgewicht Eisenthiocyanat

9. 5. Beständigkeit von Eisen (III)thioyanat gegenüber Fluoridionen

9. 6. Chloro – und Aquokomplexe des Kupfers

9. 7. Beständigkeit von Silberkomplexen

**Platz 10: Experimente zu Säure-Base-Reaktionen**

10. 1. Abpuffern von Säuren

10. 2. Amphoterie des Aluminiums

10. 3. Hydrolyse von Salzen

10. 4. Unedle und edle Metalle

10. 5. Unterschiedliche Stärke von Salzsäure und Essigsäure

10. 6. Pufferwirkung

**Theoretische Grundlagen zu den Experimenten**

Das Ziel dieser Übersicht ist es, ganz kurz auf den Chemismus der vorgestellten Reaktionen ein zugehen. Diese ist bewusst ganz knapp gehalten worden. Sie soll lediglich eine Grundlage für die Entscheidung sein, ob das Experiment in Ihrem eigenen Unterricht eingesetzt werden kann

**Platz 1: Bestimmung des Umschlagsbereiches von pH-Indikatoren**

Dieses Experiment kann einerseits zur Einarbeitung in die Methodik der Tüpfelanalytik dienen, andrerseits auch in der Sekundarstufe II wo pH-Indikatoren thematisiert werden. Exaktes Arbeiten kann hier trainiert werden. So ist ein Vergleich mit Literaturwerten möglich.

Eine weitere Möglichkeit wäre die Bestimmung der Reaktion bzw. auch des pH-Wertes von Stoffen aus dem täglichen Leben. Es können auf die gleiche Weise auch Universalindikatoren getestet werden. Wichtig ist hier, das die Tropfen der Indikator-Lösung möglichst klein ist.

**Platz 2: Tüpfelreaktionen auf Küchenkrepp**

Dieses Experiment wurde auf der Homepage: www. Chemiefachberater. de beschrieben. Dort wurde Filterpapier beschrieben. Wir haben die Experimente modifiziert, anstelle von Filterpapier haben wir Küchenkrepp (bedeutend billiger als Rundfilter) eingesetzt.

**Folgende Redox –, Komplex -, bzw. Fällungsreaktionen werden durchgeführt:**

***Exp. Reaktion Reaktionstyp***

1 Reaktion von Eisen(II) mit Hexacyanoferrat (III) Komplexchemie

2 Reaktion von Eisen(II) mit Thiocyanat Komplexchemie

3 Reaktion von Eisen(II) mit Ammoniak Fällungsreaktion

4 Oxidation von Eisen(II) mit Wasserstoffperoxid

 Nachweis von Eisen(III) mit Thiocyanat Redox – u. Komplexchemie

5 Reaktion von Eisen(III) mit Hexacyanoferrat (II) Komplexchemie

6 Reaktion von Eisen(III) mit Thiocyanat Komplexchemie

7 Reaktion von Eisen(III) mit Ammoniak Fällungsreaktion

8 Reaktion von Eisen(III) mit Fluorid und Thiocyanat Komplexchemie

9 Reaktion von Kupfer(II) mit Hexacyanoferrat (II) Komplexchemie

10 Reaktion von Kupfer(II) mit Ammoniak Fällung / Komplexchemie

11 Reaktion von Kupfer und Eisen mit Hexacyanoferrat (II) Komplexchemie

12 Reaktion von Kupfer und Eisen(III) mit Thiocyanat Komplexchemie

13 Reaktion von Kupfer und Eisen(III) mit Ammoniak Fällungsreaktion

14 Reaktion von Kupfer und Eisen mit Fluorid und

 Hexacyanoferrat (II) Komplexchemie

15 Reaktion von Permanganat mit Wasserstoffperoxid

 in schwefelsaurer Lösung Redoxchemie

16 Reaktion von Eisen(II) mit Permanganat in

 schwefelsaurer Lösung Redoxchemie

17 Reaktion von Eisen(II) mit Permanganat in

 schwefelsaurer Lösung, Nachweis mit Thiocyanat Redox -/Komplexchemie

18 wie 17, Nachweis mit Hexacyanoferrat (II) Redox - /Komplexchemie

19 Oxidation von Iodid mit Wasserstoffperoxid

 In schwefelsaurer Lösung, Iod-Nachweis mit Stärke Redoxchemie

20 Oxidation von Iodid mit Eisen(III) in schwefelsaurer

 Lösung, Iod-Nachweis mit Stärke Redoxchemie

**Platz 3: Nachweis von Kationen (Reine Stoffe)**

***3.1. Klassische Kationen-Nachweise***

**Nachweis von Aluminium-Ionen**

Aluminium NaOH Al(OH)3 ↓weiß → Na[Al(OH)4]

 NH4OH Al(OH)3 ↓weiß

Gibt man zu einer Aluminium-Salz-Lösung Natronlauge, fällt zunächst weißes gallertartiges Aluminiumhydroxid aus. Bei weiterer Zugabe von Natronlauge löst sich der Niederschlag wieder unter Aluminat-Bildung bei pH > 12. Verwendet man als Fällungsmittel Ammoniak-Lösung wird nur ein pH-Wert von 10 erreicht. Bei diesem pH-Wert bleibt der Niederschlag bestehen.

**Nachweis von Barium-Ionen**

Barium H2SO4 BaSO4 ↓weiß

Barium-Ionen reagieren mit Sulfat-Ionen, es entsteht ein weißer Niederschlag von Bariumsulfat.

**Nachweis von Calcium-Ionen**

Calcium (NH4COO)2 (COO)2Ca ↓weiß

Calcium-Ionen reagieren mit Oxalat-Ionen, es entsteht ein weißer Niederschlag von Calciumoxalat.

**Nachweis von Eisen (III)-Ionen**

Eisen (III) NH4SCN Fe(SCN)3 blutrot

Eisen(III)Ionen reagieren mit Thiocyanat-Ionen, es entsteht blutrotes, lösliches aber undissoziiertes Eisen(III)Thiocyanat. Zweiwertiges Eisen muss mit Wasserstoffperoxid und Salzsäure oxidiert werden. Auch Kaliumhexacyanoferrat (II) gelbes Blutlaugensalz ist geeignet. Es entsteht ein blauer Niederschlag von Berliner Blau.

**Nachweis von Kupfer(II)-Ionen**

Kupfer NH4OH Cu (NH3)4SO4 blau

Kupfer(II) reagiert mit Ammoniak-Lösung. Zunächst wird Kupfer(II)Hydroxid ausgefällt. Die Niederschlag löst sich in weiterer Ammoniak-Lösung unter Bildung von Tetramin-Sulfat, Die Lösung wird klar und die Farbe wird intensiver.

**Nachweis von Magnesium-Ionen**

Magnesium (NH4)2HPO4 MgNH4PO4 ↓weiß schwarz

Magnesium-Ionen reagieren mit Diammoniumhydrogenphosphat, es entsteht ein weißer Niederschlag von Magnesiumammoniumphosphat.

**Nachweis von Zink-Ionen**

Zink Na2S ZnS ↓weiß schwarz

Zink-Ionen reagieren mit Sulfid-Ionen in neutraler bis basischer Lösung unter Bildung eines weißen Niederschlages von Zinksulfid. Als Fällungsmittel eignet sich eine Natrium-oder Ammoniumsulfid-Lösung. Die erstere Lösung sollte bevorzugt werden, da hier keine Geruchsbelästigung auftritt.

***3.2. Kationen-Nachweise mit organischen Spezialreagenzien***

Organische Reagenzien zur Spurenanalytik sind auch untrennbar mit der Entwicklung der Tüpfelanalytik verbunden. Sie spielten früher eine ganz wesentliche Rolle zur Bestimmung von Konzentrationen im Mikromaßstab. In der professionellen Analytik spielen sie heute eine geringere Rolle, da heute instrumentelle Verfahren etabliert sind. Es gibt aber noch heute spezielle Einsatzgebiete, beispielsweise in der Umweltanalytik vor Ort. So lassen sich geringe Konzentrationen von Ionen gut mit geringem Aufwand fotometrisch bestimmen.

In der folgenden Aufstellung sollen einige Vertreter vorgestellt werden. Diese Reaktionen werden teilweise auch bei visuellen kolorimetrischen Test-Kits zur Wasser – und Bodenuntersuchung eingesetzt.

***Kation Reagenz Ergebnis***

Aluminium Alizarin S /HAc violetter Farblack

# Calcium Calconcarbonsäure / NaOH blau → rotviolett

Eisen (II) Asco/ NH4Ac, Dipyridyl rosa Farbkomplex

Eisen (II) Asco/ NH4Ac, Phenanthrolin orangeroter Farbkomplex

Kalium Kalignost K[B(C6H5)4] ↓weiß

Kupfer NH4Citrat / Cuprizon blauer Farbkomplex

Magnesium NaOH / Titangelb roter Farblack

Silber HNO3 / Feigl’s Reagenz rotvioletter Farbkomplex

Zink Xylenolorange / Urotropin Farbumschlag gelb → rot

**Platz 4: Nachweis von Anionen (Reine Stoffe)**

***4.1. Klassische Anionen-Nachweise***

**Nachweis von Bromid - Ionen**

Bromid HNO3 / AgNO3  AgBr ↓gelblich

Bromid-Ionen ergeben mit Silber-Ionen in salpetersaurer Lösung einen gelblichen Niederschlag von Silberbromid

**Nachweis von Carbonat-Ionen**

Carbonat HCl CO2 ↑

Carbonat-Ionen reagieren mit starken Säuren unter Gasentwicklung (Aufbrausen). Es entsteht Kohlendioxid, ein geruchloses Gas.

**Nachweis von Chlorid-Ionen**

Chlorid HNO3 / AgNO3  AgCl ↓weiß

Chlorid-Ionen ergeben mit Silber-Ionen in salpetersaurer Lösung einen weißen, käsigen Niederschlag von Silberchlorid.

**Nachweis von Nitrit-Ionen**

Nitrit H3PO4 / ZnI2 – Stärke blau

Nitrit-Ionen oxidieren in phosphorsaurer Lösung Iodid-Ionen zu elementarem Iod. Diese lässt sich mit Stärke nachweisen. Anstelle der haltbaren Zinkiodid-Stärke-Lösung ist auch Kalium-Iodid-Stärke-Papier einsetzbar.

**Nachweis von Phosphat-Ionen**

Phosphat Magnesiamixtur MgNH4PO4 ↓weiß

Magnesiamixtur ist eine wässrige Lösung. Welche Ammoniak, Magnesiumchlorid und Ammoniumchlorid enthält. Diese Lösung reagiert mit Phosphat-Ionen, es entsteht ein weißer Niederschlag von Ammoniummagnesiumphosphat. Die gleiche Reaktion findet auch beim Nachweis von Magnesium-Ionen mit Diammoniumhydrogenphosphat statt.

**Nachweis von Sulfat-Ionen**

Sulfat HCl / BaCl2 BaSO4 ↓weiß

Sulfat-Ionen ergeben mit Barium-Ionen in salzsaurer Lösung einen weißen Niederschlag von Bariumsulfat.

**Nachweis von Sulfit-Ionen**

Sulfit I2 – Lösung Entfärbung

Durch Iod wird Sulfit zum Sulfat oxidiert. Dies ist an der Entfärbung von Iod-Lösung erkennbar

***4.2. Anionen-Nachweise mit organischen Spezialreagenzien***

Diese Reaktionen wurden ausgewählt, da sie auch bei Wasseruntersuchungskoffern eingesetzt werden. Nitrat lässt sich durch Zink oder Magnesium in saurer Lösung zum Nitrit reduzieren, welchen mit dem haltbaren SN –Reagenz einen roten Azofarbstoff bildet. Dieses Feststoff Reagenz ist im Vergleich zu Lösungen wie Grieß- bzw. Saltzmann-Reagenz jahrelang beständig. Phosphat-Ionen in geringen Konzentrationen ergeben mit Phosphat – Reagenz I und II eine tiefblaue, nach wenigen Augenblicken sich bildende Färbun g.

Nitrat SN – Reagenz keine Reaktion

 + Zn oder Mg rotviolette Färbung

Nitrit SN – Reagenz rotviolette Färbung

Phosphat Phosphatreagenz I und II blaue Färbung

**Platz 5: Nachweis organischer Stoffe und funktioneller Gruppen (Reine Stoffe)**

**5.1. Nachweis von Alkoholen mit Ammoniumcer(IV)Nitrat-Lösung:**

1 Tropfen Probelösung wird mit einem Tropfen Ammoniumcer(IV)Nitrat-Lösung gemischt. Es tritt ein Farbumschlag von orange nach tiefrot ein. Die Färbung ist nicht sehr lange beständig, da diese Lösung ein starkes Oxidationsmittel ist und die Alkohole zu Aldehyden oxidiert, dabei tritt Entfärbung ein, da das gelbe Cer (IV)-Ion zum farblosen Cer(III)-Ion reduziert wird.

5.2. Nachweis von Ascorbinsäure:

Ascorbinsäure reduziert Eisen(III)-Ionen zu Eisen(II)-Ionen. Dies ist an einer Entfärbung der augenblicklichen Entfärbung einer Eisen(III)Thiocyanat-Lösung erkennbar.

**5.3. Nachweis von Phenolen mit Eisen(III)Chlorid:**

Phenole ergeben Farbreaktionen mit Eisen(IIII)Chlorid. Die Färbung fällt in Abhängigkeit des Struktur unteerschiedlich aus. Als Alternative zum toxikologischen Phenol wird Resorcin (1.3 Dihydroxybenzol) eingesetzt. Auch andere Phenole wären einsetzbar.

**5.4. Nachweise von mehrwertigen Alkoholen mit Kupfersulfat:**

Mehrwertige Alkohole bilden mit Kupfer(II)-Ionen intensiv blaue Farbkomplexe, bei denen nach Zusatz von Natronlauge keine Fällung mehr auftritt. 1 Tropfen Probelösung wird mit einem Tropfen Fehling I versetzt und gemischt, danach werden 2 –3 Tropfen 1 mol/l Natronlauge zugegeben. Die Lösung bleibt klar und es tritt Farbvertiefung bzw. Farbumschlag nach violett ein.

5.5. Oxidation von primären und sekundären Hydroxylgruppen mit schwefelsaurer Kaliumpermanganat-Lösung:

Bei diesem Experiment werden primäre, sekundäre und tertiäre Alkohole mit schwefelsaurer Kaliumpermanganat-Lösung versetzt. Primäre und sekundäre Alkohole werden nach wenigen Augenblicken entfärbt, es findet Entfärbung statt. Entfärbungszeiten abhängig von der Länge der Kohlenstoff -Kette

1 Tropfen Probelösung wird mit einem Tropfen schwefelsaurer Kaliumpermanganat-Lösung gemischt. Methanol, Ethanol und 1 – Propanol werden in einigen Minuten entfärbt bzw. tritt ein Farbumschlag nach hellbraun ein. Sofortige Entfärbung tritt bei 2 – Propanol, 1 – Butanol und 2 – Butanol ein. Tertiäre Alkohole (z. B. tert. Butanol) entfärben diese Lösung nicht!

5.6. Nachweis von Cellulose mit Zinkchlorid-Iod-Lösung (Chlorzink-Iod-Lösung):

Cellulose ergibt mit Zinkchlorid-Iod- Lösung eine blauschwarze Einschlussverbindung. Die Farbtönung ist von der Struktur der Cellulose abhängig.

5.7. Aldehyd-Nachweis mit Schiff’s Reagenz:

Aldehyde reagieren mit Sulfit. Dadurch wird das durch Sulfit reduzierte Fuchsin wieder freigesetzt. 1 Tropfen Probe wird mit einem Tropfen Schiff’s Reagenz gemischt. Eine sofort auftretende rotviolette Färbung zeigt Aldehyde an. Schiffs-Reagenz ist aufgrund des enthaltenen Fuchsins toxikologisch bedenklich, zumal die Konzentration des enthaltenen Fuchsins nicht angegeben ist. Dieses Reagenz war früher kein Gefahrstoff!

5.8. Nachweis von Mehrfachbindungen mit Baeyer’s Reagenz:

Baeyers Reagenz ist eine Lösung die Kaliumpermanganat und Natriumcarbonat enthält.

Stoffe mit Doppelbindungen werden zum Diol umgesetzt, ein Farbumschlag nach braun zeigt einen positiven Nachweis. Als Untersuchungsmaterial eignet sich recht gut eine Lösung von Speiseöl oder Olivenöl in Aceton (Konzentration vorher erproben. Das Öl-Aceton-Gemisch ist ei einer gut verschlossenen Flasche längere Zeit haltbar. 1 Tropfen Probe wird mit einem Tropfen Baeyer’s Reagenz gemischt. Es findet ein Farbumschlag nach hellbraun statt.

5.9. Nachweis von Aceton mit Natriumnitroprussid (Aceton Reagenz):

1 Tropfen Probe wird mit einer Mikrospatel-Spitze Aceton-Reagenz gemischt. Bei Anwesenheit von Aceton tritt nach wenigen Minuten ein Farbumschlag nach violett auf. Die Farbreaktion beruht auf der Bildung von violetten Isonitrosoaceton. Dieses Reagenz hat gegenüber der Standardmethode nach Legal nicht nur den Vorteil der langen Haltbarkeit, es ist auch wegen dem geringen Anteil an Natriumnitroprussid nicht als giftig eingestuft.

**5.10. Nachweis von Aceton mit der Iodoforn-Probe:**

Propanon (Aceton) reagiert mit Natronlauge und Iod-Lösung unter Bildung von Iodoform (Triiodmethan) Es ist ein gelber wasserunlöslicher Feststoff mit den typischen „Apothekengeruch“

CH3-CO – CH3 + 3 I 2 + 4 NaOH → CHI 3 ↓ + CH3COONa + 3 NaI + 3 H2O

**5.11. Nachweis von Oxalsäure:**

Calcium-Ionen bilden mit Oxalat-Ionen einen weiße4n Niederschlaf von Calciumoxalat.

**5.12. Nachweis von Stärke:**

Stärke bildet mit Iod eine blauschwarze Einschlussverbindung, die in der Kälte beständig ist.

Bei der Untersuchung von Haushaltsprodukten sind bei Verwendung modifizierter Stärke auch violette Farbtöne möglich.

**5.13. Nachweis von Milchsäure:**

Milchsäure bildet mit Eisen(III)-Ionen gelbgrünes Eisen-Lactat. Der Farbumschlag ist besser erkennbar, wenn man den Eisen-Resorcin-Komplex als Reagenz einsetzt.

**Platz 6: Ionennachweise in Haushaltsprodukten**

**6.1. Aluminium-Nachweis in essigsaurer Tonerde**

Essigsaure Tonerde, heute Aluminiumaceto-Tartrat- Lösung ist ein altes Hausmittel zur Behandlung von Schwellungen. Der Nachweis von Aluminium-Ionen kann mit Ammoniak oder Alizarin S erfolgen.

**6.2. Untersuchung eines Alaunstiftes**

Kalialaun ist Kaliumaluminiumsulfat. Ein handelsüblicher Alaunstift wird in wenig Wasser gestellt. In der Lösung lassen sich gut Kalium-, Aluminium -, und Sulfat-Ionen machweisen.

**6.3. Untersuchung von Gips**

Gips ist Calciumsulfat, eine wenig wasserlösliche Substanz. In der entstehenden Lösung lassen sich Calcium-Ionen mit Ammoniumoxalat-Lösung aber auch mit Calconcarbonsäure nachweisen, Sulfat-Ionen mit Bariumchlorid.

**6.4. Calcium-Nachweis in Brausetabletten**

Der Nachweis von Calcium-Ionen erfolgt hier am einfachsten in der aufgelösten Tablette mit Calconcarbonsäure. Zum Auflösen der Tablette muss natürlich destilliertes Wasser verwendet werden, keinesfalls Leitungswasser! Soll der Nachweis mit Ammoniumoxalat erfolgen, muss die aufgelöste Tablette (trübe Probelösung) unter Zusatz von Salpetersäure bis zur völligen Klarheit gekocht und anschließend mit Natronlauge neutralisiert werden (Kontrolle mit Universal-Indikator-Papier).

**6.5. Nachweis von Carbonat-Ionen**

Zum Nachweis von Carbonat-Ionen eignen sich viele Haushaltsprodukte beispielsweise Waschpulver, Natron, Soda uns Pottasche.

**6.6. Nachweis von Chlorid-Ionen**

Zum Nachweis von Chlorid-Ionen eignen sich viele Haushaltsprodukte wie Kochsalz, Diätsalz, Suppenwürze (Lösung mit Aktivkohle schütteln und filtrieren)

**6.7. Iodat-Nachweis im Iod-Salz**

Im Iod-Salz liegt das Iod als Iodat vor. Die angesäuerte Lösung wird mit Zinkiodid-Stärke-Lösung versetzt oder auf Kaliumiodid-Stärke-Papier gegeben. Iodat reagiert mit Iodid in saurer Lösung, dabei wird Iod freigesetzt, welches mit Stärke eine blauviolette Einschlussverbindung bildet.

**6.8. Nachweis von Kalium-Ionen**

Der Nachweis erfolgt mit Kalignost. Geeignete Materialien wären Diätsalz (Kaliumchlorid), Blumendünger, Pottasche.

**6.9. Untersuchung von Bittersalz**

Magnesiumsulfat ist Bittersalz und wird in Baumärkten als Düngemittel angeboten. Der Nachweis von Magnesium-Ionen kann mit Diammoniumhydrogenphospgat aber auch mit Titangelb erfolgen, der Nachweis von Sulfat-Ionen mit Bariumchlorid.

**6.10. Magnesium-Nachweis in Brausetabletten**

Die Brausetablette muss in destilliertem Wasser aufgelöst werde, daTrinkwasser Magnesium enthält. Der Nachweis erfolgt mit Titangelb. Soll der Nachweis mit Diammoniumhydrogen - phosphat erfolgen, ist eine Probevorbereitung erforderlich, siehe Calcium in Brausetabletten.

**6.11. Nitrit-Nachweis im Pökelsalz**

Pökelsalz enthält unter 1 % Natriumnitrit. Der Nachweis von Nitrit-Ionen kann nach Ansäuern mit Essigsäure mit SN- Reagenz erfolgen, nach Ansäuern mit Phosphor- oder Schwefelsäure mit Zinkiodid-Stärke-Lösung bzw. Kaliumiodid-Stärke-Papier.

**6.12. Nitrat in Kalisalpeter und Blumendünger**

Kalisalpeter ist Kaliumnitrat. Der Nachweis ist sehr empfindlich, deshalb wird eine Probelösung aus einer Mikrospatel-Spitze Substanz und 10 ml Wasser.

**6.13. Nitrat - Nachweis im Radieschen**

Wichtig ist, das Radieschen zu schälen, um Fälschungen durch die roten Farbstoffe in der Schale auszuschließen. In der Regel lassen sich Nitrate nachweisen, bei Bio-Ware kann u. U. ein negatives Ergebnis auftreten. Es ist auch möglich, Press-Saft zu untersuchen, indem das geschälte(!) Radieschen mit einer Knoblauchpresse ausgepresst wird.

**6.14. Phosphat-Nachweis in Wurst**

Als Probematerial eignet sich sehr gut die Aufguss-Flüssigkeit von Bockwurst-Konserven-

Der Phosphat –Nachweis erfolgt mit Phosphat-Reagenz I und II.

**6.15. Zink in Zinksalbe**

Zinksalbe wird mit Essigsäure 30 % oder Essigessenz einige Minuten gekocht, danach lässt man abkühlen. Man trennt die wasserunlösliche Salbengrundlage durch dekantieren ab.

**Platz 7: organische Stoffe in Haushaltsprodukten**

**7. 1. Ascorbinsäure in Brausetabletten**

Die Brausetablette kann in Trinkwasser gelöst werden, der Nachweis erfolgt mit Eisen(III)Chlorid und Ammoniumthiocyanat.

**7. 2. Nachweis von Ethanol**

Der Nachweis erfolgt mit Ammoniumcer(IV)Nitrat. Geeignete Materialien wären Spirituosen, Kölnisch Wasser Brennspiritus.

**7. 3. Untersuchung von Nagellackentferner**

Nagellackentferner kann Aceton aber auch Ethylacetat enthalten (siehe Kennzeichnung)

Mittels Tüpfe4lanalytik kann man die Deklaration überprüfen.

**7. 4. Untersuchung von Pinselreiniger**

Pinselreiniger enthält verschiedene Lösungsmittel (Aceton, 2-Propanol, Ethylacetat), welche mittels Tüpfelanalytik nachgewiesen werden können.

**7. 5. Stärkenachweis**

Als Untersuchungsobjekte bieten sich Mehl, Nudeln und Fertiggerichte an. Enthalten diese modifizierte Stärke, kommt es zu abweichenden Ergebnissen im Vergleich zu reiner Stärke.

**Platz 8: Redoxreaktionen**

**8. 1. Reaktion von Wasserstoffperoxid mit Kaliumpermanganat in schwefelsaurer Lösung**

# Wasserstoffperoxid-Lösung wird Schwefelsäure und Kaliumpermanganat-Lösung (0,02 mol • l-1) versetzt. Es tritt Entfärbung auf.

2 MnO4 - + 6 H+ + 5 H2O2 → 2 Mn 2+ + 5 O2 ↑ + 8 H2O

**8. 2. Reaktion von Sulfid-Ionen mit Iod-Lösung**

Sulfid-Ionen reduzieren Iod-Lösung zum Iodid, dies ist an einer Verschwinden der braunen Farbe erkennbar. Sulfid wird zum elementaren Schwefel oxidiert.

H2S + I2 → 2 HI + S

**8. 3. Oxidation von Mangan (II)-Ionen in alkalischer Lösung**

Mangan(II)-Ionen bilden mit Natronlauge in Gegenwart von Wasserstoffperoxid einen braunschwarzen Niederschlag.

MnSO4 H2O2 + 2 NaOH → MnO(OH)2↓ + Na2SO4 + H2O

**8. 4. Redox-Verhalten von Nitrat – und Nitrit-Ionen**

Nitrat-Ionen verhalten sich gegenüber Kaliumpermanganat-Lösung und Kaliumiodid-Lösung indifferent. Nitrit-Ionen reduzieren in saurer Lösung Permanganat zum farblosen Mangan(II)-Ion, Iodid wird zum Iod oxidiert.

2 KMnO4 + 5 NaNO2 + 3 H2SO4 → 2 MnSO4 + K2SO4 + 5 NaNO3+ H2O

2 NaNO2 + 2 KI + 2 H2SO4 → i2 + K2SO4 + Na2SO4 + 2 NO + 2 H2O

**8. 5. Reduktion von Nitrat zu Nitrit**

Nitrat-Ionen lassen sich aus naszierenden Wasserstoff, welcher in der angesäuerten Reaktionslösung durch Zugabe von Magnesium oder Zink entsteht, zu Nitrit reduzieren.

NO3 - + 2 H → NO2 - + H2O

**8. 6. Oxidation von Bromid – und Iodid-Ionen mit Natriumhypochlorit**

Natriumhypochlorit-Lösung (Chlorbleichlauge) oxidiert in schwefelsaurer Lösung Bromid – und Iodid-Ionen zu elementarem Brom bzw. Iod.

ClO - + 2 H + + 2 Br - → Cl - + Br2 + H2O

ClO - + 2 H + + 2 I - → Cl - + I2 + H2O

**8. 7. Oxidation von Iodid-Ionen mit Wasserstoffperoxid**

In schwefelsaurer Lösung oxidiert Wasserstoffperoxid Iodid-Ionen zu elementarem Iod.

H2O2 + 2 H+ + 2 Br - → 2 H2O + Br 2 ↑

**8. 8. Reaktion von Eisen(II)Sulfat mit Kaliumpermanganat in schwefelsaurer Lösung**

Kaliumpermanganat oxidiert in schwefelsaurer Lösung Eisen(II)-Ionen zu Eisen(III)-Ionen. Dies ist an der Entfärbung der violetten Kaliumpermanganat-Lösung erkennbar. Die Eisen(III)-Ionen lassen sich mit Ammoniumthiocyanat-Lösung als blutrotes Eisen(III)Thiocyanat nachweisen.

MnO4  - + 5 Fe 2+ + 8 H3O + → Mn 2+ + 5 Fe 3+ + 12 H2O

**8. 9. Reduktion von Permanganat durch Sulfit bei unterschiedlichen pH-Werten**

In alkalischer Lösung lässt sich Kaliumpermanganat bis zur vierwertigen Stufe reduzieren.

2 MnO4 - + 3 SO3 2- + 3 H2O → MnO(OH)2↓ + 3 SO4 2- + 2 OH –

Mangan(IV)oxidhydrat fällt als braunschwarzer Niederschlag aus.

In schwefelsaurer Lösung wird Permanganat bis zu Mangan(II)ionen reduziert, erkennbar an einer Entfärbung der violetten Lösung.

2 MnO4  - + 5 HSO3- + H +  → 2 Mn 2+ + 5 SO4 2- + 3 H2O

**8.10.Oxidation von Sulfit durch Iod**

Sulfit-Ionen werden durch Iod-Lösung zum Sulfat oxidiert, das Iod zum Iodid reduziert. Die Probelösung wird mit Iod-Lösung versetzt, es findet augenblicklich eine Entfärbung statt.

SO3 2 - + I2 + H2O → SO4 2- + 2 I- + 2 H+

Das gebildete Sulfat wird mit Bariumchlorid-Lösung nachgewiesen.

Ba 2+ + SO4 2- → BaSO4 ↓

**Platz 9: Experimente zur Komplexchemie**

**9. 1. Nachweis von Zinkionen mit Kaliumhexacyanoferrat (II)**

Zinkionen reagieren mit Kaliumhexacyanoferrat (II)(gelbes Blutlaugensalz) unter Bildung eines schmutzig weißen Niederschlages von Kaliumzinkhexacyanoferrat (II).

Der Niederschlag ist in Salzsäure nicht löslich.

3 Zn2+ + 2 K + + 2 [Fe(CN)6)]4- → K2Zn3[Fe(CN)6] ↓

**9. 2. Nachweis von Calcium-Ionen mit Kaliumhexacyanoferrat (II) und Ammoniumchlorid**

Calcium-Ionen reagieren mit Kaliumhexacyanoferrat (II) in Gegenwart von Ammoniumionen unter Bildung eines weißen Niederschlages von Ammoniumcalciumhexacyanoferrat.

Ca2+ + 2 NH4 + + [Fe(CN)6)]4- → (NH4)2Ca[Fe(CN)6] ↓

Die Prüfung wird so durchgeführt, dass zur Probelösung zuerst die Kaliumhexacyanoferrat-Lösung zugegeben wird, dabei muss die Lösung klar bleiben (Unterschied zu Zink).

Erst nach Zugabe von Ammoniumchlorid-Lösung fällt der Niederschlag aus.

**9. 3. Bildung von Kupfertetramin-Komplexen**

Kupferionen bilden mit konzentrierter Ammoniaklösung zunächst einen blauen Niederschlag von Kupferhydroxid, im Überschuss entsteht dunkelblaues, lösliches Kupfertetraminsulfat.

Durch Zugabe von Schwefelsäure lässt sich der Komplex wieder zerstören.

Cu2+ + 2 OH- → Cu(OH)2 ↓

[Cu(H2O)4]SO4 + 4 NH3 → [Cu(NH3)4)]SO4

hellblau dunkelblau

2 [Cu(NH3)4)]SO4  + H2SO4 → 2 CuSO4 + (NH4)2SO4

dunkelblau hellblau

**9. 4. Komplexgleichgewicht Eisenthiocyanat**

Dreiwertiges Eisen reagiert mit Thiocyanat zu blutrotem, undissoziiertem Eisen (III)Thiocyanat. Durch Verdünnen mit Wasser wird eine Dissoziation erreicht, die Lösung ist hellgelb. Durch Zugabe von Eisen(III)Chlorid-Lösung bzw. Ammoniumthiocyanat-Lösung, wird das Gleichgewicht verändert, es entsteht in beiden Fällen blutrotes undissoziiertes Eisenthiocyanat.

[Fe(H2O)6)] 3- + 6 SCN - ↔ [Fe(SCN)6] 3- + 6 H2O

gelb blutrot

**9. 5. Beständigkeit von Eisen (III)Thioyanat gegenüber Fluorid-Ionen**

Fluorid ist ein stärkerer Komplexbildner als Thiocyanat. Es findet eine Verdrängungsreaktion statt. Dies ist am Farbumschlag von blutrot nach farblos erkennbar, es entsteht Hexafluoroferrat.

 [Fe(SCN)6] 3- + 6 F - ↔ [FeF6] 3- + 6 SCN -

blutrot farblos

**9. 6. Chloro – und Aquo-Komplexe des Kupfers**

Der Chloro-Komplex des Kupfers ist gelb bis braun gefärbt, der Aquo-Komplex des Kupfers ist blau. Wasserfreies Kupferchlorid wird mit Salzsäure bzw. Wasser versetzt. Anschließend wird die salzsaure Lösung mit Wasser, die wässrige Lösung mit Salzsäure versetzt.

[Cu(H2O)2]Cl2 +2 HCl ↔ H2[CuCl4] + 2 H2O

blau gelb (grün)

**9. 7. Beständigkeit von Silberkomplexen**

Silberchlorid wird mit Ammoniaklösung versetzt. Es entsteht lösliches Silberdiaminchlorid. Durch Ansäuern mit Salpetersäure lässt sich der Komplex wieder zerstören. Silberchlorid löst sich auch in Natriumthiosulfat-Lösung . Es entsteht lösliches Trinatriumdithiosulfatoargentat. Diese Reaktion findet bei der Schwarz - Weißfotografie Anwendung. Natriumthiosulfat („Fixiersalz“) löst das überschüssige Silberbromid aus dem unbelichteten Stellen des Filmes.

Ag+ + Cl- → AgCl↓

AgCl + 2 NH3 → [Ag(NH3)2]Cl

unlöslich löslich

[Ag(NH3)2)]Cl + HNO3 → NH4NO3 + AgCl↓

AgCl + 2 Na2S2O3 → Na3[Ag(S2O3)2] + NaCl

unlöslich löslich

**Platz 10: Experimente zu Säure-Base-Reaktionen**

**10. 1. Abpuffern von Säuren**

Verdünnte Salzsäure wird einmal mit Wasser und einmal mit gesättigter Natriumacetatlösung gemischt. Zu beiden Lösungen gibt man Magnesium oder Zink und beobachtet die Intensität der Gasentwicklung. Die Konzentration an Hydronium-Ionen der Säure reicht aus, um das Metall unter Wasserstoffentwicklung zu lösen. Durch das Natriumacetat werden die Hydronium-Ionen zum großen Teil verbraucht, es entsteht die schwach dissoziierte Essigsäure. Das Absinken der Konzentration der Hydronium-Ionen bewirkt die bedeutend schwächere Gasentwicklung.

**10. 2. Amphoterie des Aluminiums**

Gibt man zu einer Aluminiumsalzlösung tropfenweise Natronlauge, so wird zunächst Aluminiumhydroxid als weißer, gallertartiger Niederschlag ausgefällt.

Al 3+ + 2 OH - → Al(OH)3 ↓

Dieser Niederschlag löst sich bei weiterer Zugabe von Natronlauge auf, es entsteht lösliches Tetrahydroxoaluminat.

Al(OH)3 + OH - → [Al(OH)4] –

Gibt man zu der entstandenen Aluminat-Lösung Ammoniumchlorid-Lösung (schwache Säure), so wird wieder Aluminiumhydroxid ausgefällt.

[Al(OH)4] –  + H + → Al(OH)3 ↓ + H2O

Gibt man zu einer Aluminiumsalzlösung statt Natronlauge Ammoniaklösung (schwächere Base) findet nur eine Ausfällung von Aluminiumhydroxid statt, eine Wiederauflösung des Niederschlages (Aluminat-Bildung) findet nicht statt.

Aluminiumionen lassen sich in schwach alkalischer Lösung als Hydroxid fällen, in stark alkalischer Lösung wird das Hydroxid als Aluminat gelöst. Aluminiumhydroxid löst sich auch in Salzsäure, es entsteht Aluminiumchlorid. In schwach alkalischer Lösung (pH 9) löst sich das Hydroxid nicht. Dies erreicht man in ammoniakalischer Lösung.

Al 3+ + 3 OH- → Al(OH)3↓ bis pH 9,5

 unlöslich

[Al(H2O)6)]Cl3 + 4 NaOH → Na[Al(OH)4] + 3 NaCl + 6 H2O  löslich, pH > 10

**10. 3. Hydrolyse von Salzen**

Aluminiumchlorid-Lösung, Natriumchlorid-Lösung und Natriumcarbonat-Lösung werden mit Universalindikator versetzt und der pH – Wert wird ermittelt.

Beim Auflösen von Aluminiumchlorid in Wasser hydratisieren die Aluminiumionen mit sechs Wassermolekülen, es entsteht der Hexaaquoaluminium-Komplex [Al (H2O)6 ] 3+. Aufgrund der positiven Ladung des Zentralatoms wird ein Proton an ein Wassermolekül abgegeben.

[Al (H2O)6 ] 3+. + H2O → H3O + + [Al(OH) (H2O)5] 2+ + H3O+ Beim Natriumchlorid reagieren weder die Chlorid bzw. die Natriumionen mit Wasser unter Protonenaufnahme bzw. Abgabe. Natriumcarbonat liegt im Wasser als Natrium bzw. Carbonat-Ion vor. Das Carbonat-Ion ist ein Protonenakzeptor, d. h. eine schwache Anionen-Base. Diese reagiert mit Wasser unter Protonenaufnahme. CO3 2- + 2 H2O → H2CO3 + 2 OH – .

Daraus resultiert die basische Reaktion.

Anders gesagt:

***Reaktion des Salzes Stärke der Säure Stärke der Base***

neutral stark stark

sauer stark schwach

basisch schwach stark

**10. 4. Unedle und edle Metalle**

Auf Magnesium, Zink, Eisen und Kupfer werden einige Tropfen 1 mol/l Schwefelsäure gegeben und man beobachtet die Intensität der Gasentwicklung.

Metalle, die ein negativeres Potenzial gegenüber H2 /H + haben, werden von Säuren gelöst.

Zn + 2 HCl → ZnCl2 + 2 H, 2 H + e - → H2 ↑

***Normalpotenziale (Spannungsreihe)***

Mg / Mg2+ - 2,40 V

Zn / Zn 2+ - 0,76 V

Fe / Fe 2+ - 0,44 V

Cu / Cu 2+ + 0,35 V

**10. 5. Unterschiedliche Stärke von Salzsäure und Essigsäure**

Zu 1 mol /l Salzsäure und Essigsäure wird Zink gegeben, man beobachtet die Stärke der Gasentwicklung.

Zu 0,1 mol/l Salzsäure und Essigsäure werden einige Tropfen Thymolblau-Lösung gegeben.

Thymolblau schlägt von pH 1,2 – 2,8 von rot nach gelb um.

Bei Salzsäure Rotfärbung, bei Essigsäure Gelbfärbung

**10. 6. Pufferwirkung**

Das Acetatpuffergemisch enthält äquivalente Mengen schwach dissoziierte Essigsäure und vollständig dissoziiertes Natriumacetat. Der Phosphatpuffer enthält Hydrogenphosphat – und Dihydrogenphosphat-Ionen.

Beim Acetatpuffer reagieren Hydronium-Ionen zu schwach dissoziierter Essigsäure, Hydroxid-Ionen mit Essigsäure zu Acetat und Wasser.

Beim Phosphatpuffer reagieren Protonen mit Hydrogenphosphat, es entsteht Dihydrogenphosphat. Hydroxid-Ionen reagieren mit Dihydrogenphosphat, es entsteht Hydrogen - Phosphat. Bei der Versuchsanleitung werden verschiedene pH-Indikatoren mit Wasser und Puffer versetzt. Dazu gibt man 0,1 mol/ Salzsäure bzw. Natronlauge und beobachtet die Veränderungen.