**MNU 2021 Berlin Folien**

**Schulchemiezentrum**

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

**Bahnhofstr. 18, 06895 Zahna**

**Tel: 034924 / 20648,**

**Fax: 034924 / 20011**

**www. schulchemiezentrum. de,**

**wolfgang\_proske@ web.de**

**wolfgang.proske@ schulchemiezentrum.de**

**MNU Bundestagung 2021Berlin**

**Qualitative und Quantitative Analytik von Alltagsprodukten im Microscale-Maßstab**

**1. Einleitung**

# 2. Analysenverfahren im Microscale-Maßstab

# 3. Voraussetzungen

# 4. Ziel der Veranstaltung

**5. Vorstellung ausgewählter Experimente**

# 1. Einleitung

**Allgemeine Kriterien für Schulexperimente:**

**• einwandfreie Funktion**

**• geringer, überschaubarer zeitlicher und materieller Aufwand**

**• keine Gefahrenpotentiale**

**• eindeutiges Versuchsergebnis**

**• Reproduzierbarkeit auch bei geringer experimenteller**

 **Erfahrung**

**Analytische Chemie – Bedeutung im Chemieunterricht:**

**• Veranschaulichung chemischer Sachverhalte und deren**

 **praktische Anwendung**

**• Erziehung zum naturwissenschaftlich - kritischen und kreativen**

 **Denken**

**• Erziehung zur Exaktheit und Verantwortungsbewusstsein**

**• Achtung vor der Schöpfung**

**• Mut zur Lücke (man kann nicht alle Probleme selbst lösen)**

# 2. Analysenverfahren im Microscale-Maßstab

**Qualitative Analyse**

***Ist der gesuchte Stoff vorhanden?***

**Aussage: ja oder nein**

**Analysenverfahren: Tüpfelanalyse**

**Das Ergebnis sollte immer mit positiven und negativen Kontrollen**

**validiert (überprüft) werden, um zu beweisen, dass die Nachweis-Reaktion ohne Störungen abläuft.**

**Quantitative Analyse**

***Wie hoch ist der Gehalt des gesuchten Stoffes?***

**Aussage: Konzentration in Zahlenwert und Einheit**

**Analysenverfahren: Titration im Halbmikro-Maßstab**

**Tüpfelanalytik,**

**eine Möglichkeit zum qualitativen Nachweis von Stoffen**

**Vorteile:**

**• möglich: Farbreaktionen, Niederschläge (Bildung, Auflösung)**

**• geringster Chemikalienverbrauch**

**• Minimierung des Gefährdungspotentials**

**• Erziehung zum sparsamen Umgang mit Chemikalien**

**• geringer Zeitbedarf**

**• Laborausstattung und Abzug in der Regel nicht erforderlich**

**• ideal für Schülerübungen, pflegeleicht**

**• Erziehung zum exakten Arbeiten**

**• geringe Anschaffungskosten**

**• Möglichkeit zum kreativen Arbeiten**

**Nachteile:**

**• schwache Gasentwicklungen teilweise schwer erkennbar**

**• Reaktionen in der Regel nur bei Raumtemperatur auf**

 **der Tüpfelplatte bzw. Tüpfelraster möglich**

**• Beständigkeitsprobleme möglich, vor allem stark färbenden**

 **Reagenzien bei Tüpfelraster und organischen Lösungsmitteln**

**• Einarbeitung notwendig**

**• zweckmäßig nur für schnell ablaufende Reaktionen**

**Titrationen im Halbmikro-Maßstab,**

**Möglichkeit zur quantitativen Bestimmung von Stoffen**

***Ersatz:***

***Glasbürette 25 oder 50 ml) durch 1 ml Spritze (0,01 ml Teilung)***

**Vorteile:**

**• Einsparung von Zeit und Material, dadurch geringere Kosten**

**• keine undichten Büretten-Hähne als Ursachen von fehlerhaften**

 **Messwerten**

**• keine festgefressenen Büretten-Hähne als Ursachen von**

 **Schnittverletzungen**

**• geringeres Gefahrenpotenzial**

**• sichere Ergebnisse auch nach kurzer Einarbeitung**

**• gute Übereinstimmung mit Ergebnissen aus der Makrotitration**

**• in der praktischen Analytik seit Jahren bewährt, für spezielle**

 **Fragestellungen Test-Kits im Handel**

**Nachteile:**

**• geringere Haltbarkeit, da sich Skalen bei längerer Benutzung**

 **abgreifen, Spritze ist ja nur für Einmal-Anwendung konzipiert**

**• Ablesung schwieriger, vor allem bei stark gefärbten**

 **Maßlösungen wie Iod – oder Kaliumpermanganat-Lösung**

**• luftblasenfreies Aufziehen und die Arbeitstechnik muss geübt**

 **werden (30 min Training)**

**3. Voraussetzungen**

**Tüpfelanalytik**

**• Tüpfelplatten:**

***Tüpfelraster:***

**Google österreichische Chemieolympiade**

**oder www. chemieolympiade.info,**

**herunterladen, ausdrucken, laminieren**

***• klassische Tüpfelplatte aus Glas nach Feigl:***

***• Tüpfelplatte aus Porzellan:***

***• Zellkulturplatten als Polystyrol***

**Die klassischen Tüpfelplatten aus Glas und Porzellan sind nicht unbedingt erforderlich!**

**Lediglich für die alternative Fehling-Reaktion sind Zellkulturplatten aus PS erforderlich!**

**• Tropfflaschen für Reagenzien**

**• Tropfpipetten**

**• Glasstäbe**

**Titrationen im Halbmikro-Maßstab**

**Erforderliche Materialien:**

**• 1 ml Tuberkulin-Spritzen ( 0,01 ml Teilung)**

**• Insulin-Kanülen (Größe 20)**

**• Alternative abgeschnittene, gelbe 100 μL Pipetten-Spitze**

 ***Insulinkanülen haben ein geringeres Tropfenvolumen,***

 ***dies bedingt eine bessere Genauigkeit der Dosierung.***

**• 25 ml Erlenmeyer-Kolben**

**• Maßkolben 25, 50, 100, 250 ml**

**• Pipetten 1 ml, 2 ml, 5 ml 10 ml als Voll und Mess-Pipette**

**Luftblasenfreies Aufziehen von Tuberkulin-Spritzen:**

***Das Üben zum luftblasenfreien Aufziehen von Tuberkulin-Spritzen erfolgt zweckmäßig mit angefärbtem Wasser***

**• auf Spritze Kanüle oder abgeschnittene Pipetten-Spitze**

 **stecken**

**• Kolben der Spritze auf „ Null“ stellen**

**• Spritze in die Flüssigkeit tauchen, Kolben langsam hochziehen**

**• Spritze umdrehen, Kolben noch ein wenig herausziehen**

**• Spritze mit den Fingern beklopfen, so dass die Luftblasen**

 **sich in der Spitze sammeln**

**• etwas Zellstoff an die Mündung halten, um zu vermeiden**

 **dass Maßlösung verspritzt**

**• Kolben ganz vorsichtig hineindrücken, bis der erste**

 **Flüssigkeitstropfen heraustritt**

**• gegebenenfalls bis zur Marke 1 Lösung nachsaugen**

# 4. Ziel der Veranstaltung

**Wir möchten Ihnen einige ausgewählte Beispiele zeigen aus der Vielzahl der von uns entwickelten Experimente zur qualitativen und quantitativen Analytik von Alltagsprodukten.**

**Bewusst haben wir Beispiele mit unterschiedlichem Schwierigkeitsgrad vorgestellt, um einen groben Überblick darüber zu geben, was möglich und machbar ist, bzw. sein kann.**

**Natürlich kann die Veranstaltung nur eine erste Information sein.**

**Der Fokus liegt bei dieser Veranstaltung in der Laborpraxis, nicht in der Didaktik.**

**Unser Ziel ist es auch solche Experimente zu zeigen, die man nicht in jedem Schulbuch findet.**

**Das Skript mit den vorgestellten und weiteren Vorschriften und Experimentieranleitungen kann von der Homepage:** [**www.fachreferent-chemie.de**](http://www.fachreferent-chemie.de) **heruntergeladen werden.**

**An diesen Beispielen sollen Möglichkeiten aufgezeigt werden, wie diese Experimente zur Analytischen Chemie in den Unterricht integriert werden können.**

**5. Vorstellung ausgewählter Experimente**

**• Qualitative und Quantitative Analytik von Brausetabletten**

 **(Calcium, Magnesium, Ascorbinsäure)**

**• Qualitative und quantitative Analytik von Bittersalz**

**• Differenzierung von Speisesalzen im Tüpfelmaßstab**

**• Cola auf der Tüpfelplatte**

 **(Unterscheidung Cola classic und Cola light**

**• Protein-Nachweise, auch gefahrstofffrei**

**• Gehaltsbestimmung von Chlorbleichlauge**

**• Gehaltsbestimmung von Bullrichsalz in Tabletten**

**• Gehaltsbestimmung von Salmiakgeist**

**5. Vorstellung ausgewählter Experimente**

**Qualitative und Quantitative Analytik von Brausetabletten (Calcium, Magnesium, Ascorbinsäure)**

**Qualitative Nachweisreaktionen**

**• *Calcium***

**Nachweis als Calciumoxalat**

**Nachweis mit Calconcarbonsäure**

**• *Magnesium***

**Nachweis als Magnesium-Ammoniumphosphat**

**Nachweis mit Titangelb**

**• *Ascorbinsäure***

**Nachweis der reduzierenden Wirkung mit:**

**Eisen-Thiocyanat, Iod-Lösung, Kaliumpermanganat-Lösung**

**Quantitative Bestimmung**

***Calcium***

**• Titration mit EDEA gegen Calconcarbonsäure bei pH 12**

***Magnesium***

**• Titration mit EDTA bei pH 10 gegen Indikator-Puffer-Mischung**

***Ascorbinsäure***

**• Titration mit Kaliumiodat**

**Qualitative und quantitative Analytik von Bittersalz**

**Qualitative Nachweisreaktionen**

**• Nachweis als Magnesium-Ammoniumphosphat**

**• Nachweis von Magnesium mit Titangelb**

**• Nachweis von Sulfat-Ionen mit Barium -chlorid**

**Quantitative Bestimmung**

**• Titration mit EDTA bei pH 10 gegen Indikator-Puffer-Mischung**

**Differenzierung von Speisesalzen im Tüpfelmaßstab**

**Salz Natrium Kalium Chlorid Jodat Nitrit**

 ***(KI-Stärke) (Griess-Probe)***

**Steinsalz** + - **+** - -

**Diät-Salz - + + - -**

**Pökelsalz + - + (+) +**

**Iod-Salz + - + + -**

**Qualitative Nachweisreaktionen**

**• Chlorid Silbernitrat**

**• Iodat Kaliumiodid-Stärke**

**• Kalium Natriumtetraphenylborat (Kalignost)**

**• Natrium Flammenfärbung**

**• Nitrit Diazo-Reaktion nach Griess**

**Cola auf der Tüpfelplatte**

 **(Unterscheidung Cola classic und Cola light**

**Qualitative Nachweisreaktionen**

**• Zucker modifizierte Fehling-Reaktion**

**• Säure pH-Indikatoren (Methylrot / Bromthymolblau)**

**• Phosphat Molybdänblau-Reaktion**

**Protein-Nachweise, auch gefahrstofffrei**

**Qualitative Nachweisreaktionen**

**• Indikatorfehler von Proteinen**

**• Modifizierte Biuret-Reaktion**

**Gehaltsbestimmung von Chlorbleichlauge**

**Quantitative Bestimmung**

**• Titration mit Natriumthiosulfat-Lösung**

**Gehaltsbestimmung von Bullrichsalz in Tabletten**

**Quantitative Bestimmung**

**• Titration mit Salzsäure gegen verschiedene Indikatoren**

**Gehaltsbestimmung von Salmiakgeist**

**Quantitative Bestimmung**

**• Titration mit Salzsäure gegen verschiedene Indikatoren**

**5. Vorstellung ausgewählter Experimente**

**• Qualitative und Quantitative Analytik von Brausetabletten**

 **(Calcium, Magnesium, Ascorbinsäure)**

**Calcium-Gehalt in Brausetabletten**

**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).

**Nachweis von Calcium-Ionen**

***Methode 1: Nachweis als Kalziumoxalat***

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

Ca2+ + (COO)2 2- → Ca(COO)2] ↓

***Methode 2: Bildung eines Farbkomplexes mit Calconcarbonsäure***

Calcium-Ionen bilden mit Calconcarbonsäure in alkalischer Lösung einen rotvioletten Farbkomplex. Der Indikator ist in alkalischer Lösung tintenblau gefärbt.

**Durchführung:**

***Probevorbereitung:***

1 Brausetablette in einen 100 ml Erlenmeyer-Kolben geben, der 10 ml destilliertem Wasser enthält

Gasentwicklung abwarten, nach Auflösung filtrieren

***Calcium-Nachweis:***

***Calcium-Nachweis Methode I:***

1 Tropfen Probe, 1 Tropfen Ammoniumoxalat, weißer Niederschlag, **schwarze Unterlage**

***Calcium-Nachweis (Methode II)***

1 Tropfen Probe, 1 Tropfen Natronlauge, 1 Löffel Calconcarbonsäure, violette Färbung,

**weiße Unterlage**

**Calcium-Bestimmung in Brausetabletten**

**erforderliche Hilfsmittel:**

25 ml Erlenmeyer-Kolben, Tuberkulin-Spritzen, Maßkolben 250 ml, Pipette 2 ml,

Becherglas 100 ml

Brausetablette (400 mg Calcium), 1 mol/l Natronlauge, Calconcarbonsäure-Verreibung, Indikator-Puffer-Tabletten, Ammoniak-Lösung 10 %, 0,1 mol/l EDTA-Lösung

**Durchführung:**

***Probelösung:***

1 Brausetablette im Becherglas in destilliertem Wasser lösen und nach Abklingen der Gasentwicklung im Maßkolben zu 250 ml auffüllen.

**Titration gegen Calconcarbonsäure bei pH 13**

**•** in einen 25 ml Erlenmeyer-Kolben 10 ml Wasser vorlegen

**•** 2,00 ml Probelösung zugeben

**•** mit 10 Tropfen Natronlauge und einer Mikrospatel-Spitze Calconcarbonsäure-Verreibung

 versetzen, gut mischen

**•** bis zum Farbumschlag nach rotviolett nach tintenblau mit 0,1 mol/l EDTA-Lösung titrieren

**Titration gegen Indikator-Puffer-Tabletten bei pH 10**

**•** in einen 25 ml Erlenmeyer-Kolben 10 ml Wasser vorlegen

**•** 2,00 ml Probelösung zugeben

**•** mit 10 Tropfen Ammoniak-Lösung und einer Indikator-Puffer-Tablette versetzen, gut

 mischen gegebenenfalls weiter Ammoniak-Lösung zugeben, bis Lösung rot gefärbt ist

**•** bis zum Farbumschlag nach rot nach grün mit 0,1 mol/ EDTA-Lösung titrieren

**Berechnung:**

1 ml 0,1 mol/l EDTA entspricht 4,008 mg Calcium

**Magnesium-Gehalt in Brausetabletten**

**Magnesium-Nachweis in Brausetabletten**

Die Brausetablette muss in destilliertem Wasser aufgelöst werden, da Trinkwasser Magnesium enthält. Der Nachweis erfolgt mit Titangelb. Sollte die Nachweisreaktion mit Di-Ammoniumhydrogenphosphat erfolgen, ist eine Probevorbereitung erforderlich. Soll der Nachweis mit Di-Ammoniumhydrogenphosphat erfolgen, muss die aufgelöste Tablette (trübe Probelösung) unter Zusatz von Salpetersäure bis zur völligen Klarheit gekocht und danach mit Natronlauge neutralisiert werden (Kontrolle mit Universal-Indikator-Papier).

**Nachweis von Magnesium-Ionen**

***Methode 1: Nachweis als Ammoniummagnesiumphosphat***

Magnesium-Ionen reagieren mit Di-Ammoniumhydrogenphosphat oder einem Gemisch aus Ammoniak, Ammoniumchlorid und Di-Natriumhydrogenphosphat zu unlöslichem weißen Magnesiumammoniumphosphat.

Mg 2+ + HPO4 2- +NH4+ + OH - + 5 H2O → Mg(NH4)PO4 x 6 H2O ↓ weiß

***Methode 2: Bildung eines Farblackes mit Titangelb***

Zu einer Magnesiumsalz-Lösung wird Natronlauge gegeben, es fällt weißes Magnesiumhydroxid aus.

Mg 2+ + 2 OH - → Mg(OH)2] ↓ weiß

Titangelb lagert sich an das Magnesiumhydroxid an, es entsteht ein roter Farb-Lack.

**Durchführung:**

 ***Probevorbereitung:***

1 Brausetablette in einen 100 ml Erlenmeyer-Kolben geben, der 5 ml destilliertem Wasser und 5 ml Salpetersäure enthält, Gasentwicklung abwarten, erhitzen bis die Lösung völlig klar ist. Mit Natronlauge unter Umschütteln tropfenweise neutralisieren (Kontrolle Indikatorpapier).

***Magnesium-Nachweis (Methode I):***

1 Tropfen Probe, 1 Tropfen Ammoniak-Lösung, 1 Tropfen Di-Ammoniumhydrogenphosphat-Lösung, weißer Niederschlag, **schwarze Unterlage**

***Magnesium-Nachweis (Methode II):***

1 Tropfen Probe, 1 Tropfen Natronlauge, 1 Tropfen Titangelb, roter Niederschlag,

**weiße Unterlage**

**Magnesium-Bestimmung in Brausetabletten**

**erforderliche Hilfsmittel:**

25 ml Erlenmeyer-Kolben, Tuberkulin-Spritzen, Maßkolben 250 ml, Pipette 2 ml

Brausetabletten (150 mg Magnesium), Ammoniaklösung 10 %, Indikator-Puffer-Tabletten,

0,1 mol/l EDTA – Lösung

**Durchführung:**

***Probelösung:***

Eine Brausetablette in destilliertem Wasser lösen und nach Abklingen der Gasentwicklung im Maßkolben zu 250 ml auffüllen.

***Titration:***

**•** in einen 25 ml Erlenmeyer-Kolben 10 ml Wasser vorlegen

**•** 2,00 ml Probelösung zugeben

**•** mit 10 Tropfen Ammoniak-Lösung und einer Indikator-Puffer-Tablette versetzen, gut

 mischen gegebenenfalls weiter Ammoniak-Lösung zugeben, bis Lösung rot gefärbt ist

**•** bis zum Farbumschlag nach rot nach grün mit 0,1 mol/l EDTA-Lösung titrieren

**Berechnung:**

1 ml 0,1 mol/l EDTA entspricht 2,4008 mg Magnesium

**Ascorbinsäure - Nachweis in Brausetabletten**

Die Brausetablette kann in Trinkwasser gelöst werden, der Nachweis der reduzierenden Eigenschaften erfolgt mit Eisen(III) -chlorid und Ammoniumthiocyanat, Iod und Silbernitrat

Nachweis von Ascorbinsäure:

Ascorbinsäure ist ein Reduktionsmittel, welches durch Oxidationsmittel zur Dehydro -ascorbinsäure oxidiert wird. Aus einem Endiol entsteht ein Diketon.





***Folgende Oxidationsmittel werden als Reagenzien eingesetzt:***

• Eisen(III)-Thiocyanat-Lösung,

• Iod-Lösung, mit Stärke angefärbt

• Kaliumpermanganat - Lösung.

Eisen(III)-Thiocyanat wird zum Eisen(II)-Thiocyanat, Iod-Lösung wird zum Iodid reduziert. Dies ist am Farbumschlag erkennbar, im ersten Fall wird die blutrote Eisen(III)-Thiocyanat-Lösung entfärbt, im zweiten Fall die mit Stärke blau gefärbte Iod- Lösung entfärbt. Kaliumpermanganat wird in schwefelsaurer Lösung zu Mangan (II).Ionen -Ionen reduziert, es findet auch hier eine Entfärbung statt.

**Durchführung:**

 ***Probevorbereitung:***

1 Brausetablette in einen 100 ml Erlenmeyer-Kolben geben, der 10 ml destilliertem Wasser enthält, Ende der Gasentwicklung abwarten, nach Auflösung filtrieren

***Ascorbinsäure-Nachweis mit Eisen(III) -chlorid und Amminiumthiocyanat:***

1 Tropfen Eisen(III) -chlorid, 1 Tropfen Ammoniumthiocyanat, blutrote Färbung,

1 Tropfen Probe, sofortige Entfärbung, **weiße Unterlage**

***Ascorbinsäure-Nachweismit Iod:***

1 Tropfen Iod-Kaliumiodid, 1 Tropfen Stärke-Lösung, blau-schwarze Färbung,

1 Tropfen Probe, sofortige Entfärbung, **weiße Unterlage**

***Ascorbinsäure-Nachweis mit Kaliumpermanganat:***

1 Tropfen Schwefelsäure, 1 Tropfen Kaliumpermanganat-Lösung,

1 Tropfen Probe, sofortige Entfärbung, **weiße Unterlage**

**Ascorbinsäure-Bestimmung in Brausetabletten**

**erforderliche Hilfsmittel:**

25 ml Erlenmeyer-Kolben, Tuberkulin-Spritzen, Maßkolben 250 ml, Pipette 2 ml,

Becherglas 100 ml

Ascorbinsäure - Brausetabletten (180 mg Vitamin C, 0,0167 mol/l Kaliumiodat-Lösung, Kaliumiodid-Lösung , Zinkiodid-Stärke-Lösung oder Stärke-Lösung, Schwefelsäure 25 %

**Durchführung:**

***Probelösung:***

Eine Brausetablette in Wasser lösen und nach Abklingen der Gasentwicklung im Maßkolben zu 250 ml auffüllen.

***Titration:***

**•** in einen 25 ml Erlenmeyer-Kolben 10 ml Wasser vorlegen

**•** 2,00 ml Probelösung zugeben

**•** mit 3 Tropfen Zinkiodid-Stärke-Lösung und 10 Tropfen Schwefelsäure versetzen

**•** 10 Tropfen Kaliumiodid-Lösung zugeben

**•** bis zum Farbumschlag nach blau mit 0,0167 mol/l Kaliumiodat-Lösung titrieren

**Berechnung:**

1 ml 0,0167 mol/l Kaliumiodat entspricht 8,806 mg Ascorbinsäure

**• Qualitative und quantitative Analytik von Bittersalz**

**Untersuchung von Bittersalz**

Bittersalz ist Magnesiumsulfat-7 Hydrat. Bittersalz findet auch als Düngemittel Anwendung. Magnesium ist ein Bestandteil des grünen Blattfarbstoffes Chlorophyll. Magnesium-Mangel ist an einer Verfärbung der Blätter erkennbar, Nadelgehölze werden braun. Es wird in Baumärkten als Düngemittel angeboten. Der Nachweis von Magnesium-Ionen kann mit Di-Ammoniumhydrogenphosphat aber auch mit Titangelb erfolgen, der Nachweis von Sulfat-Ionen mit Barium -chlorid.

**Nachweis von Magnesium-Ionen**

***Methode 1: Nachweis als Ammoniummagnesiumphosphat***

Magnesium-Ionen reagieren mit Di-Ammoniumhydrogenphosphat oder einem Gemisch aus Ammoniak, Ammoniumchlorid und Di-Natriumhydrogenphosphat zu unlöslichem weißen Magnesiumammoniumphosphat.

Mg 2+ + HPO4 2- +NH4+ + OH - + 5 H2O → Mg(NH4)PO4 x 6 H2O ↓ weiß

***Methode 2: Bildung eines Farblackes mit Titangelb***

Zu einer Magnesiumsalz-Lösung wird Natronlauge gegeben, es fällt weißes Magnesiumhydroxid aus.

Mg 2+ + 2 OH - → Mg(OH)2] ↓ weiß

Titangelb lagert sich an das Magnesiumhydroxid an, es entsteht ein roter Farb-Lack.

**Nachweis von Sulfat-Ionen**

Sulfat-Ionen reagieren mit Barium-Ionen unter Bildung eines weißen Niederschlages von Barium -sulfat. Als Reagenz ist eine Barium -chlorid-Lösung vorgeschrieben. Die Probelösung wird mit Salzsäure angesäuert, da Barium -sulfat in saurer Lösung unlöslich ist.

Ba 2+ + SO4 2- → BaSO4 ↓

**Durchführung:**

 ***Probevorbereitung:***

1 Spatel Probe in 5 ml destilliertem Wasser lösen

**Durchführung:**

 ***Probevorbereitung:***

1 Spatel Probe in 5 ml destilliertem Wasser lösen

***Magnesium-Nachweis (Methode I):***

1 Tropfen Probe, 1 Tropfen Ammoniak-Lösung, 1 Tropfen Di-Ammoniumhydrogenphosphat-Lösung, weißer Niederschlag, **schwarze Unterlage**

***Magnesium-Nachweis (Methode II):***

1 Tropfen Probe, 1 Tropfen Natronlauge, 1 Tropfen Titangelb, roter Niederschlag,

**weiße Unterlage**

***Sulfat-Nachweis:***

1 Tropfen Probe, 1 Tropfen Salzsäure, 1 Tropfen Bariumchlorid, weißer Niederschlag, **schwarze Unterlage**

**Magnesium-Bestimmung im Bittersalz**

**erforderliche Hilfsmittel:**

25 ml Erlenmeyer-Kolben, Tuberkulin-Spritzen, Maßkolben 100 ml, Pipette 1 ml

Bittersalz (Magnesiumsulfat -7 Hydrat), Ammoniaklösung 10 %, Indikator-Puffer-Tabletten,

0,1 mol/l EDTA – Lösung

**Durchführung:**

***Probelösung:***

1g Bittersalz in Wasser lösen und im Maßkolben zu 100 ml auffüllen.

***Titration:***

**•** in einen 25 ml Erlenmeyer-Kolben 10 ml Wasser vorlegen

**•** 1,00 ml Probelösung zugeben

**•** mit 10 Tropfen Ammoniak-Lösung und einer Indikator-Puffer-Tablette versetzen, gut

 mischen gegebenenfalls weiter Ammoniak-Lösung zugeben, bis Lösung rot gefärbt ist

**•** bis zum Farbumschlag nach rot nach grün mit 0,1 mol/l EDTA-Lösung titrieren

**Berechnung:**

1 ml 0,1 mol/l EDTA entspricht 24,65 mg Magnesiumsulfat – 7 Hydrat

**• Differenzierung von Speisesalzen im Tüpfelmaßstab**

**Untersuchung und Differenzierung verschiedener Speisesalze**

Im Handel sind verschiedene Salzarten erhältlich.

**Steinsalz** ist Natriumchlorid ohne Zusätze.

**Pökelsalz**: Dieses enthält maximal 0,5 % Natriumnitrit. Pökeln ist ein Verfahren, um rohes Fleisch haltbar zu machen. Es beruht auf der wasserentziehenden Wirkung von Natriumchlorid, ohne Wasser können sich Mikroorganismen nicht vermehren. Nitrit reagiert mit dem roten Farbstoff des Fleisches Myoglobin zu einem roten Farbkomplex.

**Iod-Salz** enthält 0,015 – 0,025 % Kaliumiodat. Es wird zur Vorbeugung von Iod-Mangel-Zuständen (Prophylaxe Schilddrüsen-Unterfunktion) eingesetzt.

**Fluor-Salz** enthält 0,03- 0,06 % Natriumfluorid und wird zur Karies-Vorbeugung eingesetzt. Leider war es uns bisher nicht möglich, einen für die Schule geeigneten Nachweis für Fluorid zu finden, die in der Wasseranalytik üblichen Verfahren Zirkonium-Alizarin und Alizarin-Komplexan-Lanthan funktionieren mit Fluor-Salz nicht.

**Diät-**Salz enthält an Stelle von Natriumchlorid Kaliumchlorid. Natrium wirkt wasserspeichernd und erhöht den Blutdruck.

***Die chemischen Grundlagen der Nachweisreaktionen und die Durchführung finden sich in den entsprechenden Kapiteln***

**Salz Natrium Kalium Chlorid Jodat Nitrit**

 ***(KI-Stärke) (Griess-Probe)***

**Steinsalz** + - **+** - -

**Diät-Salz - + + - -**

**Pökelsalz + - + (+) +**

**Iod-Salz + - + + -**

**Hinweis:**

Die Reaktion von Iodat mit Kaliumiodid-Stärke-Papier ist nicht spezifisch auf Iodat. Jedes Oxidationsmittel, so auch Nitrit verursacht eine positive Reaktion. Die Blaufärbung ist auf jeden Fall bei Iod-Salz stärker als bei Pökelsalz. Deshalb muss der Nitrit-Nachweis mit der Griess-Probe verifiziert werden!

**Nachweis von Kalium-Ionen**

***Methode 1: Nachweis als Perchlorat***

Kalium-Ionen reagieren mit Perchlorat-Ionen, es entsteht ein weißer Niederschlag von Kaliumperchlorat

K + + ClO4  - → K ClO4 ↓

***Methode 2: Nachweis als Tetraphenylborat***

Kalium-Ionen reagieren mit Natriumtetraphenylborat (Kalignost), es entsteht ein weißer Niederschlag von Kaliumtetraphenylborat.

K + + [B(C6H5)4] - → K[B(C6H5)4] ↓weiß

# Nachweis von Chlorid-Ionen

Chlorid-Ionen bilden mit Silber-Ionen einen gelben Niederschlag von Silberchlorid.

Ag + + Cl - → AgCl ↓

Dieser Niederschlag löst sich leicht in Ammoniaklösung.

AgCl + 2 NH3 → [Ag(NH3)2]Cl

**Nachweis von Iodat-Ionen**

Iodat-Ionen reagieren mit Iodid –Ionen in saurer Lösung unter Freisetzung von Iod. Dieses bildet mit Stärke einen blauschwarzen Farbkomplex.

IO3- + 5 I- + 6 H+ → 3 I2 + 3 H2O

**Nachweis von Natrium-Ionen**

Prinzipiell ist der Nachweis im Tüpfelmaßstab mit Methoxyphenylessigsäure möglich. Da dieses Reagenz sehr teuer ist, wäre die Flammenfärbung egal ob mit Magnesia-Stäbchen oder Nasenspray-Zerstäuber eine geeignete Alternative für die Schule

**Nachweis von Nitrit-Ionen**

***Methode 1:Oxidation von Iodid zu Iod***

Nitrit-Ionen oxidieren in saurer Lösung Iodid-Ionen zu elementarem Iod, welches mit Stärke einen blauen Farbkomplex bildet. Der Nachweis ist möglich mit Zinkiodid-Stärke-Lösung oder / als auch mit Kaliumiodid-Stärke-Papier.

2 HNO2 + 2 HI → I2 + 2 NO + 2 H2O

***Methode 4: Bildung eines Azofarbstoffes***

Nitrit reagiert in essigsaurer Lösung mit Griess-Reagenz direkt, es entsteht ein rotvioletter Azofarbstoff (siehe Nitrat).







**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.

**Durchführung:**

eine Spatel-Spitze Iod-Salz auf das Tüpfelraster geben, 1 Tropfen Kaliumiodid, 1 Tropfen Schwefelsäure, 1 Tropfen Zinkiodid-Stärke-Lösung, blaue Färbung,

**weiße Unterlage**

**Nachweis von Kalium-Ionen**

Der Nachweis erfolgt mit Kalignost. Geeignete Materialien wären Diät-Salz (Kaliumchlorid), Blumendünger, Pottasche.

**Durchführung:**

 ***Probematerial:***

Kalisalpeter, Diät-Salz, Blumendünger

***Probevorbereitung:***

1 Spatel Probe mit 5 ml destilliertem Wasser lösen

***Kalium-Nachweis:***

1 Tropfen Probe, 1 Tropfen Kalignost, weißer Niederschlag,

**schwarze Unterlage**

**Unterscheidung Kochsalz von Diät-Salz**

***Probevorbereitung:***

Proben in Wasser lösen, wenn die Lösungen nicht klar und farblos sind, filtrieren

***Natrium-Nachweis:***

1 Tropfen Probe, 1 Tropfen Methoxyphenylessigsäure, weißer Niederschlag

**schwarze Unterlage**

**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.

**Durchführung:**

1 Spatel-Spitze Pökelsalz auf das Tüpfelraster geben, mit 2 Tropfen Essigsäure lösen, 1 Löffel Nitrit-Reagenz zugeben, rotviolette Färbung, **weiße Unterlage**

oder

1 Spatel-Spitze Pökelsalz auf das Tüpfelraster geben, mit 2 Tropfen Schwefelsäure lösen, Kaliumiodid-Stärke-Papier oder 2 Tropfen Zinkiodid-Stärke-Lösung zugeben, blauviolette Färbung, **weiße Unterlage**

**• Cola auf der Tüpfelplatte**

 **(Unterscheidung Cola classic und Cola light**

**Untersuchung von Cola auf der Tüpfelplatte**

Die Untersuchung von Cola ist ein beliebtes Thema in einem alltagsbezogenen Chemieunterricht. Dabei geht es vor allem um den Nachweis von Phosphorsäure als Bestandteil und die Unterscheidung von Cola classic und Cola light durch den Nachweis von Zucker. Cola ist eine dunkelbraun gefärbte Flüssigkeit, die in der Schule klassische Messung des pH-Wertes mit Universalindikator versagt hier völlig. Versuche die Cola mit Aktivkohle zu entfärben führen nicht immer zum gewünschten Erfolg, abhängig von der Cola-Sorte und der verwendeten Aktivkohle. Der Phosphatnachweis mit salpetersaurer Ammoniummolybdat-Lösung ist nicht unbedingt als Schülerexperiment zu empfehlen, vor allem bei Präsentationen außerhalb des Fachraumes. Zum Nachweis der sauren Reaktion wird eine verdünnte Cola-Lösung eingesetzt. Als Indikatoren eignen sich besonders Methylrot und Bromthymolblau. Zur Funktionsprüfung der Reagenzien wird eine sehr stark verdünnte Phosphorsäure-Lösung eingesetzt, deren Konzentration dem Cola-Getränk entspricht. Zum Nachweis von Phosphat-Ionen wird die Molybdänblau-Reaktion eingesetzt, die auch zur Bestimmung der Phosphat-Konzentration im Wasser verwendet wird. Der Nachweis von Zucker erfolgt mit einer modifizierten Fehling-Probe, wo ein Erhitzen mit einem Brenner nicht erforderlich ist.

**Geräte und Chemikalien**

Tüpfelraster zum Nachweis von Phosphorsäure, Zellkulturplatten oder Tüpfelplatten aus Kunststoff für die modifizierte Fehling-Probe, Tropfpipetten, Messzylinder

Cola, Cola light,

stark verdünnte Phosphorsäure, Glucose – Fructose-Lösung, Methylrot-Lösung 0,1 %, Bromthymolblau-Lösung 0,1 %, Phosphat-Reagenz I, Phosphat-Reagenz II, Kupfersulfat-Zitronensäure-Verreibung, Natriumhydroxid, gepulvert evtl. Abflussreiniger (erproben!!)

**Durchführung**

***Herstellung einer verdünnten Cola – Lösung zum Nachweis von Phosphorsäure***

1 ml Cola bzw. Cola light wird mit 9 ml destilliertem Wasser verdünnt

***Herstellung verdünnter Methylrot-Lösung:***

In ein Becherglas 25 ml Trinkwasser geben und solange Methylrot-Lösung zugeben, bis eine dunkel-zitronengelbe Farbe resultiert, gegebenenfalls einen Tropfen gesättigte Natriumhydrogencarbonat-Lösung zugeben. Wenn unverdünnte alkoholische Lösung auf das Tüpfelraster getropft wird, kann es zu einem nicht eindeutigen Ergebnis kommen!

***Herstellung verdünnter Bromthymolblau-Lösung:***

In ein Becherglas 25 ml Trinkwasser geben und solange Bromthymolblau-Lösung zugeben, bis eine dunkel-grüne Farbe resultiert, gegebenenfalls einen Tropfen gesättigte Natriumhydrogencarbonat-Lösung zugeben. Wenn unverdünnte alkoholische Lösung auf das Tüpfelraster getropft wird, kann es zu einem nicht eindeutigen Ergebnis kommen!

***Nachweis von Phosphat-Ionen***

auf Tüpfelraster (weiße Unterlage) tropfen:

1 Tropfen stark verdünnte Phosphorsäure (positive Kontrolle)

1 Tropfen destilliertes Wasser (negative Kontrolle)

1 Tropfen verdünnte Cola

1 Tropfen verdünnte Cola light

zu allen Proben 1-2 Tropfen Phosphat I und 1 Tropfen Phosphat II geben

***Nachweis der sauren Reaktion mit Methylrot-Lösung***

auf Tüpfelraster (weiße Unterlage) tropfen:

1 Tropfen stark verdünnte Phosphorsäure (positive Kontrolle)

1 Tropfen destilliertes Wasser (negative Kontrolle)

1 Tropfen verdünnte Cola

1 Tropfen verdünnte Cola light

zu allen Proben 1-2 Tropfen verdünnte Methylrot-Lösung geben

***Nachweis der sauren Reaktion mit Bromthymolblau - Lösung***

auf Tüpfelraster (weiße Unterlage) tropfen:

1 Tropfen stark verdünnte Phosphorsäure (positive Kontrolle)

1 Tropfen destilliertes Wasser (negative Kontrolle)

1 Tropfen verdünnte Cola

1 Tropfen verdünnte Cola light

zu allen Proben 1-2 Tropfen verdünnte Bromthymolblau-Lösung geben

***Nachweis von Zucker***

***Tüpfelplatte, kein Tüpfelraster!!!, weiß oder Zellkulturplatte***

auf Zellkulturplatte (auf weiße Unterlage stellen) tropfen:

3 - 5 Tropfen Glucose-Fructose-Lösung (positive Kontrolle)

3 – 5 Tropfen destilliertes Wasser (negative Kontrolle)

3 – 5 Tropfen verdünnte Cola

3 – 5 Tropfen verdünnte Cola light

● 1 Spatel-Spitze Kupfersulfat-Zitronensäure-Verreibung

● mischen

● 1 Spatel-Spitze gepulvertes Natriumhydroxid oder Abflussreiniger

● mischen

**Hinweise zum Arbeitsschutz:**

● **alternative Fehling-Probe niemals auf dem Tüpfelraster, nur auf Tüpfelplatte aus**

 **Kunststoff oder in einer Zellkulturplatte (12 Vertiefungen)**

● **Schutzbrille tragen!**

● **Natriumhydroxid entweder frisch in der Reibschale verreiben, oder in einen sehr dicht**

 **schließendem Gefäß aufbewahren, da äußerst hygroskopisch**

● **Tüpfelplatte sofort reinigen, nicht stehen lassen**

● **evtl. unter Zusatz von verdünnter Säure Kupfer(I) -oxid-Reste lösen**

**Beobachtung**

 ***Nachweis von Phosphat-Ionen***

sofortiger Farbumschlag nach blau bei Cola und Phosphorsäure,

Blindprobe leicht hellblau

***Nachweis der sauren Reaktion mit Methylrot-Lösung***

Farbumschlag von gelb nach rot bei Cola und stark verdünnter Phosphorsäure

Blindprobe gelbe Farbe bleibt bestehen

***Nachweis der sauren Reaktion mit Bromthymolblau - Lösung***

Farbumschlag von grün nach gelb bei Cola und stark verdünnter Phosphorsäure

Blindprobe grüne Farbe bleibt bestehen

***Nachweis von Zucker***

***Tüpfelplatte, kein Tüpfelraster!!!, weiß oder Zellkulturplatte***

Farbumschlag von blau nach rotbraun bei Glucose-Fructose-Lösung

Blindprobe und Cola light: blaue Farbe bleibt bestehen

**• Protein-Nachweise, auch gefahrstofffrei**

**Protein-Nachweis**

***Prinzip Eiweißfehler von pH-Indikatoren***

Der pH-Indikator Bromphenolblau liegt bei einem pH-Wert bis 3,0 als gelbe nicht dissoziierte Säure vor. Bei einem pH-Wert über 4,6 liegt das blaue dissoziierte Anion vor.

Zwischen pH 3,1 – 4,5 liegt eine grüne Mischfarbe vor.

Der Teststreifen enthält Bromphenolblau und einen Puffer von pH 3,0.

Bei einem pH- Wert von 3,0 liegen Albumine in protonisierter Form vor. Diese reagieren mit dem Anion des Bromphenolblaus, es entstehen Salze. Die Intensität der grünen Mischfarbe ist von der Proteinkonzentration abhängig

Die zu untersuchende Probe wird mit einer Pufferlösung von pH 3 versetzt. Bei diesem pH-Wert liegt das Albumin protonisiert vor, das heißt an die Aminogruppe ist das Hydronium-Ion (NH3+) gebunden. Diese reagiert mit dem Indikator-Anion unter Bildung eines Komplexes.

Bromphenolblau

H-Ind → H+ + Ind -

pH < 3,0 gelb. pH > 4,6 blau

R – NH3 + + Ind-  → Blaugrünes Salz

***Modifizierte Biuret-Methode nach Weichselbaum***

Die Biuret-Reaktion wird auch im klinischen Labor zur Bestimmung der Gesamteiweiß-Konzentration im Serum angewendet. Diese Lösung enthält Kupfersulfat, Kaliumnatriumtartrat, Kaliumiodid und Natronlauge. Kaliumnatriumtartrat verhindert als Komplexbildner die Ausfällung von Kupferhydroxid. Der Vorteil dieser Reagenzlösung besteht darin, dass das Versuchsergebnis (Farbumschlag hellblau nach violett) sehr gut erkennbar ist. Das verdünnte Reagenz ist einige Wochen verwendbar-

**Protein-Nachweis Prinzip Eiweißfehler von pH-Indikatoren**

 **erforderliche Hilfsmittel:**

Tüpfelraster oder Tüpfelplatte, Reagenzgläser, Maßkolben 100 ml, Pipette 10 ml

Bromphenolblau-Lösung 0,1 %, Puffer pH 3, Milch, Joghurt, Quark, Gelatine

**Durchführung:**

***Herstellung der Reagenzlösung:***

• in einen 100 ml Maßkolben 10 ml Puffer pH 3 geben

• tropfenweise Bromphenolblau-Lösung bis zur kräftigen Gelbfärbung zugeben

• mit Wasser zu 100 ml auffüllen

***Probematerial:***

Milch, Eiklar, Quark, Joghurt, Gelatine

***Eiweiß-Nachweis:***

**Beobachtung**

Farbumschlag von gelb nach grün bis blau

1 Tropfen Reagenzlösung

1 Tropfen Probe oder eine streichholzkopfgroße Menge Quark oder Joghurt

 (Farbumschlag von gelb nach blau)

**weiße Unterlage**

**Protein-Nachweis Prinzip Biuret- Methode nach Weichselbaum**

 **erforderliche Hilfsmittel:**

Tüpfelraster oder Tüpfelplatte, Reagenzgläser, Maßkolben 100 ml, Pipette 10 ml

Biuret RL, Kaliumiodid RL, Milch, Joghurt, Quark, Gelatine

**Durchführung:**

***Herstellung der Reagenzlösung:***

• 20 ml Biuret RL werden mit Kaliumiodid RL zu 100 mlaufgefüllt

• für Tüpfelanalytik werden 5 ml Biuret RL mit 20 ml Kaliumiodid- RL gemischt

***Eiweiß-Nachweis:***

• 5 ml Reagenzlösung in ein Reagenzglas geben

• zu untersuchende Lebensmittel zugeben

**Beobachtung**

Farbumschlag von hellblau nach violett

**Diese Reaktion kann auch in Tüpfeltechnik durchgeführt werden**

**weiße Unterlage**

1 Tropfen Reagenzlösung

1 Tropfen Probe oder eine streichholzkopfgroße Menge Quark oder Joghurt

 (Farbumschlag von hellblau nach violett)

**• Gehaltsbestimmung von Chlorbleichlauge**

**Chlorbleichlauge, Gehaltsbestimmung**

Chlorbleichlauge ist chemisch gesehen Natriumhypochlorit-Lösung. Diese wird zur Chlorung auch von privaten Schwimmbecken eingesetzt. Sie ist nicht unbegrenzt haltbar, vor allem wenn sie an warmen Orten und nicht lichtgeschützt aufbewahrt wird. Mit der angegebenen Vorschrift kann schnell die aktuelle Konzentration ermittelt werden. Nach der gleichen Vorschrift kann auch der Hypochlorit-Gehalt in handelsüblichen Reinigungsmitteln, wie beispielsweise Chlorix, bestimmt werden. Die Bestimmung erfolgt analog, nur werden

statt 2 ml Verdünnung 10 ml eingesetzt und auf dem Wasserzusatz verzichtet wird.

Bestimmung von Hypochlorit

ClO- + 2 H+ + 2 I- → Cl- + H2O + I2

**Gehaltsbestimmung von Chlorbleichlauge**

**erforderliche Hilfsmittel:**

50 ml Pulverflaschen farblos mit Glasstopfen oder 25 ml Erlenmeyer-Kolben mit Glasstopfen, Tuberkulin-Spritzen, Maßkolben 100 ml, Pipette 10 ml

Chlorbleichlauge (Natriumhypochlorit-Lösung), Kaliumiodid-Lösung 5 %, Schwefelsäure

 25 %, Zinkiodid-Stärke-Lösung oder Stärke-Lösung, 0,1 mol/l Natriumthiosulfat-Lösung

**Durchführung:**

***Probelösung:***

1 ml Chlorbleichlauge wird mit Wasser zu 100 ml im Maßkolben aufgefüllt.

***Titration:***

**•** in eine 50 ml Pulverflasche oder Erlenmeyer-Kolben 10 ml Wasser vorlegen

**•** 2,00 ml Probelösung zugeben

**•** mit je 10 Tropfen Kaliumiodid-Lösung und Schwefelsäure versetzen

**•** Flasche mit Stopfen verschließen und 10 min lichtgeschützt aufbewahren

**•** bis zum Farbumschlag nach gelb mit 0,1 mol/L Natriumthiosulfat – Lösung titrieren

**•** 3 Tropfen Zinkiodid-Stärke-Lösung zugeben, Farbumschlag nach dunkelblau

**•** bis zur Entfärbung weiter mit 0,1 mol/l Natriumthiosulfat – Lösung titrieren

**Berechnung:**

1 ml 0,1 mol/l Natriumthiosulfat entspricht 3,545 mg aktives Chlor

**• Gehaltsbestimmung von Bullrichsalz in Tabletten**

**Bullrichsalz in Tabletten**

Diese Tabletten werden als Antazidum bei Sodbrennen eingesetzt. Sie enthalten 850 mg Natriumhydrogencarbonat pro Tablette. Zur Herstellung der Probelösungen empfiehlt es sich diese in einer Reibschale zu pulverisieren und danach quantitativ mit Wasser in einen Maßkolben zu überführen. Die Lösung bleibt trüb, die Trübung stört nicht bei der Titration.

**Gehaltsbestimmung von Bullrichsalz-Tabletten**

**erforderliche Hilfsmittel:**

25 ml Erlenmeyer-Kolben, Tuberkulin-Spritzen, Maßkolben 100 ml,

Bullrichsalz-Tabletten 850 mg NaHCO3, 0,1 mol/l Salzsäure,

Mischindikator n. Cooper oder (notfalls) Methylorange-Lösung

**Durchführung:**

***Probelösung:***

Eine Tablette Bullrichsalz in einer Reibschale pulverisieren, in Wasser lösen und im Maßkolben zu 100 ml auffüllen.

***Titration:***

**•** in einen 25 ml Erlenmeyer-Kolben 10 ml Wasser vorlegen

**•** 0,50 ml Probelösung zugeben

**•** mit 3 Tropfen Indikator versetzen

**•** bis zum Farbumschlag mit 0,1 mol/l Salzsäure titrieren

**•** Alternative: Methylorange Farbumschlag von gelb nach orange

**Indikator Farbumschlag von nach**

Methylorange rot → zwiebel-farbig → gelb

Mischindikator nach Cooper rot → blau

**Berechnung:**

1 ml 0,1 mol/l Salzsäure entspricht 8,4 mg Natriumhydrogencarbonat

**• Gehaltsbestimmung von Salmiakgeist**

**Salmiakgeist**

 Salmiakgeist kommt als Ammoniaklösung (9,6-9.9 % =einfacher Salmiakgeist) und als

Ammoniaklösung 25 % (dreifacher Salmiakgeist) in den Handel. Als Indikator bietet sich hier vor allem wegen des gut erkennbaren Farbumschlages die Mischindikator nach Tashiro und Sher an. Ammoniak-Lösung ist nicht unbegrenzt haltbar, da gasförmiges Ammoniak entweicht und somit der Gehalt abnimmt. Es ist immer empfehlenswert, die Konzentration von länger, vor allem in Plastikflaschen gelagerten Ammoniak-Lösungen maßanalytisch zu überprüfen.

**Gehaltsbestimmung von Salmiakgeist ( Ammoniak-Lösung)**

**erforderliche Hilfsmittel:**

25 ml Erlenmeyer-Kolben, Tuberkulin-Spritzen

Salmiakgeist (einfach 9,6 – 9,9 %), 0,1 mol/l Salzsäure, Mischindikator nach Sher und Tashiro

**Durchführung:**

***Probelösung:***

1,00 ml einfacher Salmiakgeist werden mit Wasser in Maßkolben zu 100 ml aufgefüllt.

***Titration:***

**•** in einen 25 ml Erlenmeyer-Kolben 10 mL Wasser vorlegen

**•** mit 3 Tropfen Indikator versetzen

**•** 1,00 ml Probelösung zugeben

**•** bis zum Farbumschlag mit 0,1 mol/l Salzsäure titrieren

**Indikator Farbumschlag von nach**

Mischindikator nach Tashiro violett → grau (farblos) → grün

Mischindikator nach Sher orangerot → tintenblau

Methylrot rot → gelb

**Berechnung:**

1 ml 0,1 mol/l Salzsäure entspricht 1,70 mg Ammoniak oder 3,50 mg Ammoniumhydroxid

**Vorschriften zur Herstellung der Reagenzien**

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

**Ammoniak-Lösung 10 %:**

40 ml Ammoniak-Lösung (w = 25 %) werden mit Wasser zu 100 ml aufgefüllt.

**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 werden in Wasser gelöst und zu 100 ml aufgefüllt.

**Bariumchlorid-Lösung 0,05 mol/l:**

1,22 g Bariumchlorid – 2Hydrat werden in Wasser gelöst und zu 100 ml aufgefüllt.

**Biuret RL:**

***Stammlösung:***

In einem 100 ml Maßkolben werden 20 ml Natronlauge (c = 1 mol/l) und 50 ml Wasser vorgelegt. 4,5 g Kaliumnatriumtartrat werden darin gelöst. Unter ständigem Schwenken werden darin 1,5 g Kupfersulfat 5 Hydrat, danach 0,5 g Kaliumiodid gelöst. Anschließend wird mit Wasser zu 100 ml aufgefüllt.

***Kaliumiodid RL (Verdünnungslösung):***

2,5 g Kaliumiodid und 100 ml Natronlauge 1 mol/l werden mit Wasser zu 500 ml aufgefüllt.

***Gebrauchslösung:***

20 ml Biuret RL werden mit Kaliumiodid-RL zu 100 ml aufgefüllt. Für die Tüpfelanalytik werden 5 ml Biuret RL mit 20 ml Kaliumiodid-RL gemischt.

**Bromphenolblau-Lösung 0,1 %:**

100 mg Bromphenolblau werden in Ethanol (Brennspiritus) gelöst und mit Ethanol zu 100 ml aufgefüllt.

**Bromthymolblau - Lösung:**

0,1 g Bromthymolblau werden in 20 ml Ethanol (Brennspiritus) gelöst und zu 100 ml mit Wasser aufgefüllt.

**Calconcarbonsäure-Verreibung:**

1 g Calconcarbonsäure wird mit 100 g Natriumchlorid in einer Reibschale sorgfältig miteinander verrieben.

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

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

**EDTA - Lösung 0,1 mol/l:**

Diese Maßlösung ist handelsüblich kann aber auch unter Verwendung einer entsprechenden Testal-, Fixanal oder Titrisol – Ampulle hergestellt werden. Alternativ wäre es möglich, dass 37,22 g Di-Natriumsalz der Ethylendiamintetraessigsäure (Chelaplex III, Idranal III, Titriplex III) in Wasser gelöst werden und nach völliger Auflösung mit Wasser zu 1000 ml aufgefüllt werden. Nach der Herstellung ist die Lösung unverzüglich in eine Vorratsflasche aus Kunststoff umzufüllen.

**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.

**Glucose-Fructose - Lösung:**

5 g Glucose und 5 g Fructose werden in Wasser gelöst und zu 100 ml aufgefüllt.

**Indikatorpuffer-Mischung (Alternative zu Indikator-Puffer.Tabletten):**

0,2 g Methylorange, 0,5 g Eriochromschwarz T, 5 g Magnesiumsalz des EDTA und 195 g Ammoniumchlorid werden sorgfältig miteinander in einer Reibschale verrieben.

**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.

**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.

**0,0167 mol/l Kaliumiodat-Lösung:**

3,5667 g Kaliumiodat werden in Wasser vollständig gelöst und danach auf 1000 ml aufgefüllt.

**Kaliumiodid-Lösung 5 %:**

5 g Kaliumiodid werden in Wasser gelöst und zu 100 ml aufgefüllt. Diese Lösung ist lichtempfindlich und sollte daher in einer Flasche aus braunem Glas aufbewahrt werden.

**Kupfersulfat – Zitronensäure-Verreibung (Fehling – alternativ) :**

10 g Kupfersulfat 5 Hydrat wird mit 30 g Zitronensäure sorgfältig miteinander in einer Reibschale verrieben. Zitronensäure kann durch die gleiche Masse Weinsäure ersetzt werden.

**Methylorange-Lösung:**

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

**Methylrot - Lösung:**

0,1 g Methylrot werden in 20 ml Ethanol (Brennspiritus) gelöst und zu 100 ml mit Wasser aufgefüllt. Es ist auch möglich 100 mg Methylrot-Natriumsalz in Wasser zu lösen und mit Wasser zu 100 ml aufzufüllen.

**Mischindikator nach Cooper:**

20 mg Methylrot und 100 mg Bromkresolgrün werden in 100 ml Ethanol (Brennspiritus) gelöst, bzw. die gleichen Mengen der Natriumsalze in 100 ml Wasser gelöst.

Diese Lösung ist nicht unbegrenzt haltbar, da das Methylrot zersetzt wird. Es empfiehlt sich daher, die Lösung frisch anzusetzen. Eine Alternative wäre es jeweils getrennt 20 mg Methylrot in 50 ml Ethanol zu lösen und 100 mg Bromkresolgrün in 50 ml Ethanol zu lösen und bei Bedarf gleiche Volumina zu mischen. Diese Indikatorlösung sollte aufgrund des besser erkennbaren Farbumschlages anstelle von Methylorange eingesetzt werden.

Bessere Erfahrungen in Bezug Haltbarkeit haben wir gemacht mit einer Lösung,

welche 200 mg Bromkresolgrün-Natriumsalz und 100 mg Methylrot-Natriumsalz in 100 ml Wasser gemacht. Sie ist auch nach 5 Jahren noch stabil.

Bei älteren alkoholischen Lösungen erfolgt der Farbumschlag von gelb nach blau.

pH< 4,5 rot pH = 4,5 grau pH > 4,5 blau

**Mischindikator nach Sher:**

350 mg Bromkresolgrün-Natriumsalz werden in 50 ml Wasser gelöst. 750 mg 4-Nitrophenol werden in 25 ml Ethanol (Brennspiritus) gelöst. 221 mg Ponceau S (E 121, Cochenillerot A) werden in 100 ml Wasser gelöst. Nun gibt man alle 3 Lösungen in einen 250 ml Maßkolben und füllt mit Wasser zu 250 ml auf.

**Mischindikator nach Tashiro:**

200 mg Methylrot 100 ml Ethanol (Brennspiritus) oder die gleiche Menge des Natriumsalzes werden in 100 ml Wasser lösen. 100 mg Methylenblau in 100 ml Ethanol (Brennspiritus) oder Wasser lösen. Bei Bedarf gleiche Volumenteile miteinander mischen. Der Umschlag (grau) ist bei frischen Lösungen besser erkennbar. Diese Indikatorlösung, welche anstelle von Methylrotlösung eingesetzt werden kann, zeigt einen kontrastreicheren Farbumschlag

pH < 5,8 rotviolett pH 5,8 grau pH >5,8 grün

**0,1mol/L Natriumthiosulfat-Lösung (Maßlösung):**

Wenn keine Ampullen zur Verfügung stehen kann diese Lösung auch nach folgender Vorschrift hergestellt werden: 25 g Natriumthiosulfat - 5 Hydrat werden in destilliertem Wasser gelöst, mit 2 g Natriumcarbonat und 1 ml Butylalkohol oder Amylalkohol versetzt, und auf 1000 ml aufgefüllt. Die Einstellung erfolgt mit 0,0167 mol/l Kaliumiodat-Lösung in saurer Lösung nach Kaliumiodid-Zusatz.

**Natronlauge 1 mol/l Reagenz):**

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

6 ml Natronlauge (w = 33 %, D = 1,47 g/l, c = 17 mol/l)

werden mit Wasser zu 100 ml aufgefüllt.

**0,1 mol/l Natronlauge (Maßlösung):**

1 Ampulle 0,1 mol/l Natronlauge wird mit Wasser zu 1000 ml aufgefüllt.

**Nitrit-Reagenz:**

0,3 g Naphthylethylendiammoniumdichlorid, 1,5 g Sulfanilsäure und 100 g Natriumchlorid werden sorgfältig miteinander in einer Reibschale verrieben. Das Reagenz 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!!!***

Reagenz wird nach längerer Lagerung dunkler, bleibt aber verwendbar, ggf. überprüfen

**Phosphat - Reagenz I:**

2,5 g Ammoniummolybdat werden in 100 ml destilliertem Wasser gelöst mit 100 ml 25 %iger Schwefelsäure oder 16,5 ml konzentrierter Schwefelsäure versetzt und mit destilliertem Wasser zu 250 ml aufgefüllt.

**Phosphat-Reagenz II:**

2,5 g Zinn(II)chlorid-2 Hydrat werden in 100 ml Glycerin gelöst.

**Phosphorsäure 25 %:**

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

**Phosphorsäure, stark verdünnt:**

3 Tropfen Phosphorsäure (85 %) werden in Wasser gelöst und zu 100 ml aufgefüllt.

**Puffer pH 3:**

8,47 g Zitronensäure-Monohydrat, 3,49 g Natriumchlorid und 20,6 ml 1 mol/l Natronlauge werden mit Wasser zu 100 ml aufgefüllt

**Salpetersäure 1 mol/l:**

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

**Salzsäure 10 %:**

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

**0, 1 mol/l Salzsäure (Maßlösung):**

1 Ampulle 0,1 mol/l Salzsäure wird mit Wasser zu 1000 ml aufgefüllt.

**Schwefelsäure 3 mol/l = 25 %:**

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

**Silbernitrat-Lösung (1 %):**

1 g Silbernitrat wird in destilliertem Wasser gelöst und zu 100 ml aufgefüllt. Diese Lösung ist sehr lichtempfindlich, sollte daher unverzüglich in eine Braunglasflasche umgefüllt werden!!!

**Stärke-Lösung haltbar:**

1 g lösliche Stärke wird in 10 ml gesättigter Natriumchlorid-Lösung ohne Klumpen, wie Puddingpulver eingerührt. Man bringt 80 ml gesättigte Kochsalzlösung zum Kochen rührt die Suspension ein und kocht solange, bis der Ansatz fast klar ist. Man lässt abkühlen und füllt anschließend mit gesättigter Natriumchlorid-Lösung auf 100 ml auf.

**Titangelb-Lösung:**

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

**Zinkiodid-Stärke-Lösung:**

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

Rezeptur des DAB 6, (Originaltext)

„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 Wasser hinzugefügt, 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.