

Schulchemiezentrum
Dipl. Ing (FH) Wolfgang Proske
Bahnhofstr. 18, 06895 Zahna-Elster
Tel: 034924 / 20648,
Fax: 034924 / 20011
www.schulchemiezentrum.de,
wolfgang_proske@web.de

Qualitative und quantitative Analytik von Produkten aus dem Alltag

- A 1. Einleitung
- B 2. Bedeutung der Analytischen Chemie im Chemieunterricht
- C 3. Integration der Analytischen Chemie in den Schulunterricht
- D 4. Theoretische Grundlagen
 - D 4.1. Grundbegriffe der analytischen Chemie
 - D 4.2. Methodische Grundlagen
 - D 4.2.1. Qualitativer Nachweis von Stoffen mittels Tüpfeltechnik
 - D 4.2.2. Quantitative Bestimmungen mittels Titrationen im Halbmikro-Maßstab
 - D 4.2.2.1 Allgemeine Basics zur Titration
 - D 4.2.2.2. Halbmikro-Titration
 - D 4.3. Chemische Basics
 - D 4.3.1. Qualitative Nachweisreaktionen
 - D 4.3.1.1. Nachweis von Kationen
 - D 4.3.1.2. Nachweis von Anionen
 - D 4.3.1.3. Nachweis von organischen Stoffen
 - D 4.3.2. Quantitative maßanalytische Bestimmungen
 - D 4.3.2.1 Säure-Base-Titration
 - D 4.3.2.2. Komplexometrische Titration
 - D 4.3.2.3. Redoxtitration
 - D 4.3.2.3.1. Manganometrie
 - D 4.3.2.3.2. Jodometrie
 - D 4.3.2.3.3. Cerimetrie
 - D 4.3.2.4. Fällungstitration
 - E 5. Arbeitsvorschriften
 - E 5.1. Experimentieranleitungen zu qualitativen Nachweisen mittels Tüpfelanalytik
 - E 5.1.1. Anorganische Stoffe
 - E 5.1.2. Organische Stoffe
 - E 5.1.3 Komplexe Untersuchungen
 - E 5.2. Experimentieranleitungen zu maßanalytischen Bestimmungen
 - F 6. Vorschriften zur Herstellung der Reagenzien
 - F 6.1. Reagenzien für die Tüpfelanalytik
 - F 6.2. Reagenzien für die Halbmikro-Titration

Literaturverzeichnis

A 1. Einleitung

„Chemische Analytik ist die Wissenschaft von der Gewinnung und verwertungsbezogenen Interpretation von Informationen über stoffliche Systeme mit Hilfe naturwissenschaftlichen Methoden“, so lautet die Definition der Fachgruppe „Analytische Chemie“ der Gesellschaft Deutscher Chemiker.

Im Chemie- und Biologieunterricht aller Schulstufen spielten und spielen analytische Fragestellungen schon immer eine Rolle, auch wenn auf den ersten Blick nicht immer gleich erkennbar. Werden beispielsweise Gewässer oder Nährstoffe im Biologieunterricht analysiert und aus den Ergebnissen die Gewässergüte ermittelt oder die Bedeutung der Nahrungsmittelinhaltsstoffe für den menschlichen Körper besprochen, handelt es sich um eine klassisch analytische Fragestellung. Im Fokus des Chemieunterrichtes stehen häufig eher die aus den Analysen ableitbaren chemischen Reaktionsprinzipien. So lässt sich die Bedeutung und praktische Anwendung von Säure-Base-Reaktionen, Fällungsgleichgewichten und Komplexbildung am Beispiel der maßanalytischen Wasseruntersuchung thematisieren. In diesem Skript sind eine Vielzahl von uns entwickelter und erprobter Experimente zum Thema „Analytik von Produkten aus dem täglichen Umfeld“ zusammengestellt worden. Die Anleitungen sind als Bausteine für ein individuell zu gestaltendes Praktikum konzipiert. Auch wurden die theoretischen Grundlagen in die Skripte integriert, um zeitaufwendiges Nachschlagen zu minimieren.

Qualitative Nachweisreaktionen werden mittels Tüpfelanalytik durchgeführt, quantitative Untersuchungen von Inhaltsstoffen erfolgen maßanalytisch durch Titration im Halbmikro-Maßstab. Bei der Konzeption der Experimente hatte die Realisierbarkeit im Schullabor oberste Priorität. Der Optimierung von Zeitbedarf und Durchführbarkeit wie auch der Minimierung von Materialbedarf, Gefährdungspotenzialen und Umweltbelastungen wurde ein hoher Stellenwert eingeräumt.

Viele Experimente lassen sich mit einem gut ausgestatteten Labor eines Gymnasiums ohne zusätzlichen Aufwand realisieren. Jedoch ließ es sich nicht vermeiden, das in Einzelfällen spezielle, möglicherweise nicht vorhandene Indikatoren und Reagenzien erforderlich sind.

B 2. Bedeutung der Analytischen Chemie im Chemieunterricht

Dem Kompetenzbereich „Erkenntnisgewinnung“ wird in den Bildungsstandards für das Fach Chemie eine breite Bedeutung eingeräumt. Sollen im Chemieunterricht von den Lernenden selbstständig Erkenntnisse bezüglich des Ablaufes von Reaktionen gewonnen werden, ist es unablässig, dass Methoden zur Identifizierung (qualitative Analytik) und zur Quantifizierung (quantitative Analytik) angewendet werden. Auch wenn viele Lehr- und Bildungspläne auf explizit ausgewiesene Analytik-Kapitel verzichten, ist Erkenntnisgewinnung ohne den Einsatz analytischer Chemie kaum denkbar.

Die analytische Chemie folgende Bedeutung für den 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)

C 3. Integration der Analytischen Chemie in den Schulunterricht

Wenn man die Lehrplanthemen der Sekundarstufe I und II zugrunde legt, lassen sich folgende Querverbindungen zur analytischen Chemie herstellen:

Lehrplanthemen Sekundarstufe I

Wasser, ein lebensnotwendiger Stoff

Wasserstoff und Sauerstoff

Säuren, Basen, Salze

Luft, Verbrennung, Oxidation

Metallgewinnung, Reduktion

Gesetzmäßigkeiten chemischer Reaktionen

Organische Chemie

- Sauerstoffderivate (Alkohole, Aldehyde, Carbonsäuren)

- Ester, Fette, Seifen, Eiweiße, Kohlenhydrate

- Kunststoffe

Chemie und Umwelt (Wasser – und Bodenuntersuchungen)

Lehrplanthemen Sekundarstufe II

Analytische Chemie - Untersuchungsmethoden der Chemie

Reaktionskinetik

Chemisches Gleichgewicht und Massenwirkungsgesetz

Energetik

Säure – Basen-Reaktionen

Redoxreaktionen

Komplexverbindungen

Umweltchemie (Wasser- und Bodenuntersuchungen)

Organische Chemie

- Kohlenwasserstoffe

- Sauerstoffderivate (Alkohole, Aldehyde, Carbonsäuren)

- Ester, Fette, Eiweiße, Kohlenhydrate

- Enzyme

- Aliphaten und Aromaten

Erzeugnisse der Chemie, die im Alltag unverzichtbar sind

- Arzneimittel

- Farbstoffe und Pigmente

- Kunststoffe

- Seife, Wasch - und Reinigungsmittel, Tenside

Diese Übersicht ist sehr allgemein gehalten und steht nicht im Zusammenhang mit den Experimentieranleitungen!

D 4. Theoretische Grundlagen

In der folgenden Übersicht sind einige wichtige theoretische Grundlagen aufgeführt. Diese findet man in der Regel nicht in den klassischen Schulbüchern. Sie sind aus meiner Erfahrung wichtig, um bestimmte Zusammenhänge richtig einordnen zu können.

D 4.1. Grundbegriffe der analytischen Chemie

Der analytische Prozess und seine Teilbereiche

Der analytische Prozess gliedert sich in die sich gegenseitig bedingenden Teilbereiche:

Präanalytik \longleftrightarrow Analytik \longleftrightarrow Postanalytik

Die Präanalytik, d. h. alle Prozesse vor der Untersuchung im Labor umfasst:

- Probenahme
- Lagerung der Probe
- Transport der Probe in das Labor.

Zur Analytik im Labor gehören:

- Probevorbereitung
- Messung
- Auswertung
- Übermittlung der Analyseergebnisse

Die Postanalytik, d. h. alle Prozesse nach der Untersuchung im Labor umfasst:

- Interpretation der Analysenwerte
- Plausibilitätsprüfung (stimmt das Ergebnis mit der Erwartung überein?)
- Was soll oder muss ich tun bei problematischen Analysenwerten?
- Welche Konsequenzen haben die Ergebnisse?

GRUNDLAGEN DER PRÄANALYTIK

Zuverlässige Analysenwerte können nur dann erhalten werden, wenn die präanalytische Phase, d. h. die Probenahme und deren exakten Beschriftung, die Aufbewahrung und der *schnellstmögliche Transport ins Labor* mit großer Sorgfalt erfolgt.

Die exakte Entnahme einer Probe ist der erste und wichtigste Schritt der Analyse.

Fehler bei der Probenahme sind nicht kompensierbar werden und können Ursache falscher, sinnloser oder sogar gefährlicher Laborbefunde sein !

Eine zweifelsfreie Beschriftung der Proben ist zwingend erforderlich, um Verwechslungen zu vermeiden!

Probeverwechslungen können in der Medizin tödlich sein!

Lagerung und Transport der Proben

Generell sollte man sich merken:

Jede entnommene Probe sollte schnellstmöglich in das Labor gebracht werden!
warum?

- man möchte möglichst schnell das Ergebnis haben
- es treten bei der Lagerung Veränderungen auf!
Das Ausmaß ist vor allem abhängig:
 - von der Art der Probe
 - von den vorgesehenen Untersuchungsparametern
 - der Temperatur
 - der Verpackung

Es ist ein Unterschied, ob eine Sandprobe oder eine Milch - oder Blutprobe untersucht werden soll. Soll bei einer Sandprobe die Korngröße mittels Sieb-Analyse untersucht werden oder steht die Frage der Kontamination mit flüchtigen Schadstoffen. Vor allem bei biologischen Materialien (Blut) besteht die Gefahr, dass bei längerer Lagerung bei erhöhter Temperatur völlig falsche Analysenwerte gemessen werden. Dies gilt auch für Milch und Fleischproben. Das Gefäß für die Entnahme der Probe muss dicht verschlossen sein, um zu vermeiden, dass gasförmige Bestandteile entweichen, man denke an Sekt im Sommer. Wenn Untersuchungen in einem Labor angefordert werden, sollte man sich im Vorfeld erkundigen, über Kosten der Untersuchungen informieren und Details zur Entnahme der Probe klären. Bei bestimmten Fragestellungen (gerichtliche Auseinandersetzung) ist es erforderlich, dass die Entnahme von Proben durch autorisiertes Personal erfolgt, um Manipulationen an der Probe auszuschließen. Von den Laboratorien werden in der Regel Gefäße für die Entnahme von Proben zur Verfügung gestellt, um Kontaminationen auszuschließen.

GRUNDLAGEN DER ANALYTIK

Qualitativer Nachweis heißt,
ist der Stoff enthalten? ja/nein Aussage

Quantitative Bestimmung heißt
in welcher Konzentration ist der Stoff enthalten?

Konzentrationsangaben im Überblick

<i>Konzentration 1 Zuckerwürfel in</i>			<i>Beispiel</i>
%	10 g/kg	2 Tassen	Alkoholgehalt in Getränken
‰	1 g/kg	3 Liter	Blutalkohol
ppm	1 mg/kg	1 Tanklastzug	Nitrit im Wasser
ppb	1 µg/kg	1 Großtanker	Testosteron im Harn
ppt	1 ng/kg	Brahmsee	Ferritin im Serum

Je geringer die Konzentration des gesuchten Stoffes ist,
desto größer ist der analytische Aufwand.

falsch positiv heißt:

Der Nachweis ist positiv, aber der Stoff ist nicht anwesend.

Beispiel:

Nitrat-Nachweis in einer Gewässerprobe, das Probegefäß ist eine nicht ausgespülte Flasche, in der vorher Blumendünger aufbewahrt wurde

falsch negativ heißt:

Der Nachweis ist negativ, aber der Stoff ist anwesend.

Beispiel:

enzymatischer Nachweis von Glucose im Harn wenn der Nachweis von Ascorbinsäure positiv ist (Ascorbinsäure inhibiert das Enzym Glucose-Oxidase)

gefährlicher ist der falsch negative Nachweis!

Spezifität und Selektivität

Eine Reaktion ist spezifisch, wenn der eindeutige Nachweis bei Gegenwart beliebig vieler Begleitstoffe möglich ist.

spezifisch = eindeutig

Beispiel: Glucose-Nachweis im Harn

Fehling - Reagenz gibt mit allen reduzierenden Harnbestandteilen, so auch Glucose und Fructose eine positive Reaktion.

Glucose-Teststreifen auf der Basis GOD /POD reagieren nur mit Glucose, nicht mit Fructose.

Eine positive Reaktion wird nur durch Glucose, nicht durch Fructose verursacht. Diese Reaktion ist spezifisch.

Eine Reaktion ist selektiv, wenn sie unter gegebenen Reaktionsbedingungen nur mit einer kleinen Auswahl von Stoffen die gleiche Umsetzung geben.

selektiv = auswählend

Ein Beispiel wären die Nachweise von Anionen mit salpetersaurer Silbernitrat-Lösung.

Störungen von Analyseverfahren

Ursachen können sein:

kontaminierte Probegefäße (Harnproben im Honigglas, welches nicht gespült wurde)

Matrixeffekte (Probenbestandteile)

falsche Probenkonservierung (Carbonat-Härte in mit Salpetersäure konservierten Proben)

zu alte und / oder falsch aufbewahrte Proben (Sauerstoffbestimmung im Wasser)

Qualität von Analyseergebnissen

Kenngrößen der Qualität sind Richtigkeit und Präzision.

Die Richtigkeit gibt an, in wie weit das Analyseergebnis mit der tatsächlichen Konzentration übereinstimmt. Diese ermittelt man, indem man Proben mit bekanntem Gehalt analysiert. Abweichungen vom wahren Gehalt werden durch den systematischen Fehler verursacht.

Die Präzision gibt an, in welchem Maß die Analysenwerte um den Mittelwert streuen.

Die Präzision wird vom zufälligen Fehler bestimmt.

Zufällige Fehler machen das Analyseergebnis unsicher, systematische Fehler machen das Analyseergebnis falsch.

Arten analytischer Fehler:

Grobe Fehler

Sie sind in der Präanalytik und im Labor möglich.

Dazu gehören:

- mangelnde Sorgfalt
- Verwechslung von Proben
- Nichteinhaltung der Analysenvorschrift

Systematische Fehler im Labor

Sie sind erkennbar, wenn alle Ergebnisse von Proben mit bekanntem Gehalt zu hoch oder zu niedrig liegen.

Zufällige Fehler im Labor

Sie charakterisieren die Schwankungen der Messwerte einer Probe, wenn diese mehrfach unmittelbar hintereinander gemessen wird.

Ein Maß für systematische Fehler ist die Abweichung vom „wahren Wert“

Sie lässt sich nach folgender Formel berechnen:

$$\Delta = (\mu - x_i) \text{ und als prozentuale Abweichung } \% = \Delta \times 100 / \mu$$

x_i = gemessener Wert

μ = Sollwert

Ein Maß für die zufälligen Fehler ist die Standardabweichung (s) oder deren prozentuale Abweichung, der Variationskoeffizient (VK)

Sie lässt sich nachfolgender Formel berechnen:

$$s = \sqrt{a} \quad a = \frac{\sum (\bar{x} - x)^2}{n - 1}$$

$$VK = \frac{s}{\bar{x}} \times 100 \%$$

- s = Standardabweichung
VK = Variationskoeffizient (Angabe in %)
a = Term für die Berechnung von s
 \bar{x} = Mittelwert
n = Anzahl der Bestimmungen

Der Variationskoeffizient sollte im Schulbereich kleiner als 10 % sein.

Laboratorien sind gesetzlich verpflichtet, bei jeder Serie Proben zur Kontrolle der Präzision und Richtigkeit mitzuführen und zu dokumentieren. Nur wenn die Ergebnisse in Ordnung sind, dürfen die Befunde herausgegeben werden.

Ringversuch:

Der Ringversuch ist eine Methode der externen Qualitätskontrolle. Die Laboratorien erhalten Proben, deren Gehalt unbekannt ist, von zugelassenen Instituten. Diese werden analysiert und die Ergebnisse eingeschickt. Vom Institut erhält das Labor die Auswertung zurück.

Die Teilnahme an Ringversuchen, welche mehrmals jährlich stattfinden, ist gesetzlich

vorgeschrieben. Liegen Werte außerhalb der vorgeschriebenen Grenzen, darf das Labor diese Werte nicht herausgeben. Diese gilt für alle analytischen Laboratorien.

Die Methoden der Qualitätssicherung dienen dem Nachweis der ordnungsgemäßen Bearbeitung des übergebenen Materials im Labor.

Probenvorbereitung:

Unter Probenvorbereitung versteht man alle Schritte, den zu untersuchenden Bestandteil in eine analysierbare Form zu bringen.

Dazu gehören beispielsweise:

- Entfernung von Färbungen und Trübungen
- Aufschlüsse unlöslicher Bestandteile
- oxidative Aufschlüsse von komplexgebundenen Metallen und kondensierten Phosphaten
- Reduktions- und Oxidationsreaktionen, dass Elemente wertigkeitsbezogen analysierbar sind
- pH - Werteinstellungen

Die Probenvorbereitung ist abhängig von:

- Probe d. h. in welchem Material soll was (Parameter) bestimmt werden
- Parameter
- Analysenverfahren
- Konzentrationsbereich, in dem der interessierte Parameter vorliegt

Zur Probenvorbereitung werden physikalische Trennverfahren (z. B. Filtration, Zentrifugieren zur Abtrennung fester Bestandteile bzw. Adsorption von Färbungen an Aktivkohle), als auch chemische Reaktionen (oxidative Zerstörung von Komplexbildnern durch Erhitzen mit Peroxodisulfat) eingesetzt. Ob und welche Probenvorbereitung erforderlich ist, entscheidet die analytische Fragestellung.

Konzentrationsbereiche und ihre Analytik

Aufgrund der Konzentration, in der ein Stoff in einem Stoffgemisch vorliegt, unterscheidet man die Hauptbestandteil, - Nebenbestandteil - und die Spurenanalytik.

Die Bestimmung des Wassergehaltes in einer Gurke wäre eine Hauptbestandteilanalytik, da der Wassergehalt über 90 % liegt. Möchte man aber prüfen, ob die Gurke Rückstände von Pestiziden aufweist, wäre dieses eine Spurenanalyse, da derartige Konzentrationen im Mikrobereich liegen.

Konzentrationsbereiche und Analysenverfahren

Bestandteil liegt vor als	Konzentrationsbereich	Analysenverfahren
Hauptbestandteil	Prozentbereich (g/l)	Maßanalyse, Gewichtsanalyse
Nebenbestandteil	Promillebereich (mg/l)	Photometrie, Maßanalyse
Spur	Mikrobereich ($\mu\text{g/l}$)	Chromatografie, Spektroskopie

POSTANALYTIK,

oder was tun bei zweifelhaften Analysenergebnissen?

Das sollte man tun:

aus welchem Grunde wurde die Untersuchung durchgeführt?

Welche (möglichen) Konsequenzen hat das Ergebnis?

Ursachen finden

Fachleute, Institute, Laboratorien und Behörden konsultieren

Gibt es Schwachstellen bei:

- Probenahme (wer hat die Probe entnommen, wo und wann wurde die Probe analysiert)
- Analytik (Analyseverfahren, Probevorbereitung, wer hat die Analyse gemacht?)
 - Fachleute, Institute, Laboratorien und Behörden konsultieren

Das sollte man nicht tun:

irgendwelche Messungen machen und mit den ungeprüften und nicht abgesicherten Analysenwerte zur Presse gehen, weil:

- zur Beurteilung gehören viele Details
- ist der Analysenwert möglich?
- unbegründete Panikmache kann auch ein Zeichen der Inkompetenz sein!

Beispiel:

Ende Oktober Lufttemperatur 10 °C

Untersuchung eines Teichwassers:

Nitrit 0,5 mg/l, Nitrat 10 mg/l, Wassertemperatur 7 °C

Behauptung:

Jetzt haben wir **endlich den Beweis**,

dass Bauer X mit seinen vielen Stickstoffdünger unsere Umwelt versaut und kaputt macht!

Fachliche Interpretation:

In Stickstoffdüngern liegt der Stickstoff als Harnstoff in der organischen Form, und in der anorganischen Form als Ammonium und Nitrat. Nitrate werden wegen der leichten Löslichkeit leicht ausgewaschen und können dadurch in die Gewässer gelangen. Wenn der Teich durch die Anbauflächen des Bauers X führt und es stark regnet, könnte man annehmen, dass hohe Nitrat-Gehalte im Bach nachweisbar wären. Nitrit entsteht als Zwischenprodukt bei der Nitrifikation. Die Geschwindigkeit ist bei chemischen und auch biochemischen Vorgängen stark temperaturabhängig (RGT - Regel!). Aufgrund der niedrigen Temperatur ist die Geschwindigkeit der Nitrifikation verringert. Deshalb ist die jahreszeitlich bedingte höhere Nitrit-Konzentration nicht besorgniserregend. Wird der Wert im Sommer bei 30 °C gemessen, könnte dies ein Indikator dafür sein, dass die biochemischen Vorgänge beeinträchtigt sind.

Modellexperimente zur Veranschaulichung analytischer Fragestellungen

Es werden einerseits bekannte Schulexperimente genutzt, um analytische Sachverhalte zu veranschaulichen, aber auch neu entwickelte Experimente beschrieben. Experimente, die allgemein bekannt sind, werden verbal beschrieben, die Vorschriften neu entwickelter Experimente befinden sich in der Praktikumsanleitung.

Probenahme

Am Beispiel der Gesamthärtebestimmung im Leitungswasser soll die Probenahme gezeigt werden. Die erste Wasserprobe wird genommen, nachdem über Nacht mindestens 12 Stunden das Wasser, noch besser über das Wochenende das Wasser in der Leitung stand. Die zweite Probe wird entnommen, nachdem mindestens 10 min aus der Leitung Wasser floss.

Wenn das Trinkwasser über Nacht oder noch länger in der Leitung steht, kann sich Kalk (Kalziumcarbonat) abscheiden und an der Rohrwand absetzen. Die Folge ist, dass die Gesamthärte bei der zuerst entnommenen Probe geringer ist, als in der zweiten Probe, nachdem das Wasser 10 min abgelaufen ist.

Probeprobereitung

Verwendung von destilliertem bzw. entionisiertem Wasser oder warum zur Analyse reinste Stoffe notwendig sind:

Ein weißes Salz (Natriumnitrat oder Natriumsulfat) soll auf Chlorid-Ionen geprüft werden. Das Salz wird einmal in Leitungswasser und einmal in destilliertem bzw. entionisiertem Wasser gelöst. Nach Zusatz von je 5 Tropfen Salpetersäure (5%) und 1 %iger Silbernitrat-Lösung (1%) bleibt die Probe mit destilliertem Wasser klar, während die mit Leitungswasser angesetzte Probelösung trüb ist. Der falsch positive Nachweis wird durch die im Leitungswasser enthaltenen Chlorid-Ionen verursacht.

Den richtigen pH - Wert einstellen:

Ein Waschmittel (z. B. Persil- Megaperls oder Dalli compact) soll auf Sulfat-Ionen qualitativ geprüft werden. Dazu werden 5 g Waschmittel in 50 ml destilliertem Wasser gelöst, mit einem Spatel gepulverter Aktivkohle versetzt (zur Adsorption von Farbstoffen und Trübungen), kräftig geschüttelt und filtriert. Zu 5 ml Filtrat gibt man 10 Tropfen 5%iger Bariumchlorid-Lösung (1%).

zu weiteren 5 ml Filtrat gibt man 20 Tropfen Salzsäure (10 %), prüft mit Universalindikator auf stark saure Reaktion (pH - Wert 1) und gibt danach 10 Tropfen Bariumchlorid -Lösung (1%) dazu. Waschmittel enthalten Carbonate, die beiden angegebenen Kompaktwaschmittel sind frei von Sulfat. Barium-Ionen bilden mit Carbonat - und Sulfat-Ionen weiße Niederschläge, wobei der Bariumcarbonat-Niederschlag nur im neutralen und basischen Bereich beständig ist.

Gibt man Bariumchlorid-Lösung zu einer basischen Waschmittellösung, kann ein falsch positiver Sulfat-Nachweis vorgetäuscht werden

Aluminiumnitrat-Lösung wird tropfenweise mit Natronlauge versetzt, um Aluminiumhydroxid auszufällen. Zunächst fällt Aluminiumhydroxid als gallertiger Niederschlag aus, geht aber wieder in Lösung. Versetzt man die Lösung mit festem Ammoniumchlorid und gibt Ammoniaklösung zu, kommt es nicht zu einer Auflösung des Niederschlages. Durch die Zugabe von Natronlauge stellt sich ein pH - Wert von 14 ein. Aluminiumhydroxid ist amphoter und löst sich bei diesem pH - Wert unter Bildung von Natriumtetrahydroxialuminat. Durch Zugabe von Ammoniumchlorid zu Ammoniak bildet sich ein Puffer von pH 9. Bei diesem pH - Wert findet noch keine Aluminat-Bildung statt.

Störende Nebenreaktionen verhindern:

In einer Salzprobe (Kaliumiodid) sollen Nitrat-Ionen mittels Ringprobe nachgewiesen werden. Das Salz enthält Iodid-Ionen. Nach Zugabe von Ammoniumeisen(II)sulfat-Lösung und verdünnter Schwefelsäure wird mit konzentrierter Schwefelsäure unterschichtet. Es entsteht ein brauner Ring an der Grenzfläche. Zur Probelösung gibt man solange gesättigte

Silbersulfat -Lösung, bis kein gelbes Silberiodid mehr ausfällt und filtriert dieses ab. Mit dem Filtrat wird die Ringprobe durchgeführt. Sie ist negativ. Konzentrierte Schwefelsäure oxidiert Iodid zu elementarem Iod, welches braun gefärbt ist und visuell vom Eisen-Nitroso-Komplex nicht zu unterscheiden ist.

Entfernen störender Matrices:

In Vollmilch soll Calcium qualitativ mit Ammoniumoxalat-Lösung nachgewiesen werden. In der Emulsion ist die Erkennung des weißen Niederschlages nicht möglich. Es kann nur eine klare Lösung untersucht werden. Durch Zugabe einer Kaliumhexacyanoferrat (II) - und Zinksulfat-Lösung bildet sich schwerlösliches Zinkhexacyanoferrat, welches alle Trübungen und Eiweißbestandteile mit ausfällt. Der Niederschlag ist durch Filtration abtrennbar, es entsteht ein klares Filtrat. Soll der Calcium-Gehalt komplexometrisch bestimmt werden, so darf diese Fällung nicht eingesetzt werden, da Zink genauso wie Calcium reagiert. Der Phosphorsäuregehalt von Cola ist alkalimetrisch unter Verwendung von Farbindikatoren visuell nicht möglich. Die Farbentfernung kann durch Schütteln mit Aktivkohle und anschließender Filtration erfolgen. Da nicht abgesichert ist, dass Aktivkohle Phosphorsäure adsorbiert, wäre ein Verfahren ohne visuelle Indikation einzusetzen (potentiometrische Titration). Hierbei ist es nicht erforderlich, die Färbung zu beseitigen.

Aufschluss unlöslicher Bestandteile:

Ein Stoffgemisch (Natriumchlorid und Bariumsulfat) soll auf Sulfat-Ionen geprüft werden. Die Probe wird mit Wasser geschüttelt und filtriert. Nach Zugabe von Salzsäure (10 %) und Bariumchlorid-Lösung tritt keine Veränderung ein. Die Probe wird mit Natriumcarbonat-Lösung (10 %) einige Minuten gekocht (Sodauszug) und filtriert. Nach Zugabe von Salzsäure bis zur stark sauren Reaktion und Bariumchlorid-Lösung bildet sich ein weißer Niederschlag. Durch den Sodauszug werden schwerlösliche Sulfate in Carbonate umgewandelt.

Zeitabhängige Veränderung der Probe:

Eine Flasche mit kohlendioxidhaltigem Mineralwasser wird geöffnet, und es werden ganz vorsichtig 250 ml mit einem Messzylinder entnommen und in einen mit Schliffstopfen verschließbaren 300 ml Erlenmeyer-Kolben gegeben. Nach Zusatz von 10 Tropfen Phenolphthalein-Lösung wird aus einer Bürette tropfenweise 0,1 mol/l Natronlauge bis zur Rosafärbung zugegeben. Es wird nicht wie üblich beim Titrieren geschüttelt, sondern nach jeder Zugabe wird der Kolben mit Schliffstopfen verschlossen und vorsichtig umgedreht. Die Flasche bleibt offen stehen, nach einigen Tagen wird das Experiment wiederholt.

saubere Geräte sind für exaktes Arbeiten notwendig:

Es werden drei saubere Reagenzgläser mit destilliertem Wasser gefüllt. In das zweite Reagenzglas wird 1 Tropfen 0,1 mol/l Salzsäure und in das andere 1 Tropfen 0,1 mol/l Natronlauge gegeben. In alle drei Reagenzgläser einige Tropfen Universalindikatorlösung geben. Schon geringe Verunreinigungen können zu falschen Ergebnissen führen.

Selektivität

In Mohr'schem Salz (Ammoniumeisen(II)-Sulfat) soll Eisen mit Ammoniumthiocyanat nachgewiesen werden. Das Salz wird in destilliertem Wasser unter Zusatz einiger Tropfen verdünnter Schwefelsäure gelöst und mit einigen Tropfen Ammoniumthiocyanat-Lösung versetzt. Ist das Salz rein, bleibt die Lösung farblos. Wird die Lösung vor der Zugabe von Ammoniumthiocyanat-Lösung mit Wasserstoffperoxid versetzt, kommt es zu der bekannten blutroten Färbung.

Hinweis: Ammoniumeisen(II)-Sulfat kann bei längerer Lagerung in undicht verschlossenen Gefäßen oxidieren. Dies ist makroskopisch an einem Farbumschlag von lindgrün nach gelbstichig erkennbar. Durch Schütteln der angesäuerten Lösung und anschließender Filtration lässt sich das gebildete Eisen (III) wieder zu Eisen(II) reduzieren. Thiocyanat-Ionen

reagieren nur mit Eisen(III)-Ionen zu blutroten, nicht dissoziieren, aber löslichen Eisen(III)-Thiocyanat.

Empfindlichkeit von Nachweisreaktionen

Nicht jeder Stoff lässt sich mit Reagenzien in jeder Konzentration nachweisen. Um die Nachweisgrenze für die jeweilige Reaktion zu ermitteln, wird eine Stammlösung mit bestimmtem Gehalt stufenweise verdünnt und mit den entsprechenden Reagenzien versetzt. Es wird solange verdünnt, bis die Nachweisreaktion nicht mehr zu erkennen ist.

Systematischer und zufälliger Fehler

Die Ermittlung von Standardabweichungen und Variationskoeffizienten können in der Schule anhand von maßanalytischen Bestimmungen, beispielsweise Wasserhärte, durchgeführt werden. Dazu ist es erforderlich, dass mindestens 10, besser 20 Messwerte vorliegen. Zur Untersuchung der Richtigkeit werden Materialien eingesetzt, wo der Sollwert angegeben ist. Hierzu bieten sich die Bestimmung von Calcium und Magnesium in Brausetabletten, die Gehaltsbestimmung von Natriumhydrogencarbonat in Bullrich – Salz-Tabletten oder die Bestimmung des Calcium - und Magnesium-Gehaltes im Mineralwasser an. Natürlich sollten bei den Gehaltsbestimmungen in Proben deklarierten Gehaltes auch die Standardabweichung und der Variationskoeffizient bestimmt werden.

Gedanken zur Integration der Analytik in den Chemieunterricht, gilt insbesondere für käufliche Test-Kits zur Wasser – und Bodenanalytik

Was gilt es zu bedenken?

- Was will ich machen?
- Was kann ich machen (Hauptschule / S II)?
- Wie viel Zeit habe ich?
- Welche Ansprüche habe ich?
(Genauigkeit, Unterrichtsrelevanz, Lehrplaninhalte, fakultative Kurse)
- Was lässt mein Budget zu?
- Welche Konsequenzen haben die Analysenwerte?
- Wie viel Zeit will oder kann ich investieren, um mich selbst in die Thematik einzuarbeiten?
- Sind Gefährdungspotentiale vorhanden?

Was sollte beachtet werden?

- je einfacher der Test, desto preisgünstiger ist er
- es sollten möglichst mehrere Exemplare von jedem Test gekauft werden, dadurch können mehrere Schülergruppen bzw. die ganze Klasse gleichzeitig arbeiten
- Tests immer von einem Hersteller kaufen, da die Reagenzien der verschiedenen Hersteller einander nicht austauschbar sind
- auf Haltbarkeitsdatum achten,
überlagerte Test-Kits mit Standardlösungen auf Funktionsfähigkeit überprüfen
- Analysenkoffer sind besonders für die Messung an Ort und Stelle zu empfehlen
- mit visuellen Methoden kann man größere Abstufungen messen
- fotometrische Methoden erfordern ein ganz exaktes Arbeiten, dieses muss trainiert werden

D 4.2. Methodische Grundlagen

Im folgenden Abschnitt werden zunächst die methodisch-apparativen Grundlagen, die für das technische Verständnis notwendig sind, beschrieben.

D 4.2.1. Qualitativer Nachweis von Stoffen mittels Tüpfeltechnik

Die Tüpfelanalyse ist eine in Vergessenheit geratene Methode, die gerade für Schülerexperimente unter den heutigen Rahmenbedingungen sehr bedeutsam ist. Der sparsame Umgang mit Ressourcen (Zeit, Geld, Umwelt) ist heute aktueller denn je. „Die Schule hat die Aufgabe im Kleinen zu zeigen, was im Großen unvermeidlich ist. Das schulische Vorbild prägt das spätere Verhalten“. Dieser wichtige Satz stammt von Otto Eisenbarth, ehemals LEU Stuttgart.

Kriterien für Schalexperimente:

- einwandfreie Funktion
- geringer, überschaubarer zeitlicher und materieller Aufwand
- keine Gefahrenpotentiale

Tüpfelanalytik

- erfüllt diese Bedingungen weitestgehend
- von Fritz Feigl (Wiener Chemiker) 1920 entwickelt.
- organische Spezialreagenzien (Spurenanalyse) forcierte Entwicklung
- Weiterentwicklung sind die in der Biochemie üblichen Mikro-Titer-Platten
- im Chemieunterricht der DDR Einsatz bei Schülerexperimenten
- Anregung VCÖ-Kurse 2007 in Leoben und 2009 in Salzburg
- Erprobung und Evaluation mit Schülern

Vorteile und Nachteile der Tüpfelanalytik

Vorteile:

- möglich sind Farbreaktionen, Bildung und Auflösung von Niederschlägen
- 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

Nachteile:

- Gasentwicklungen teilweise schwer erkennbar
- Reaktionen nur bei Raumtemperatur auf der Tüpfelplatte möglich
Alternative wäre das Erwärmen im Glühröhrchen (Mikro-Reagenzglas)
- Beständigkeitsprobleme bei Plaste und organischen Lösungsmitteln
- Einarbeitung notwendig
- zweckmäßig nur für schnell ablaufende Reaktionen

Erforderliche Ausstattung und Zubehör

- Tüpfelplatten
- Flaschen für flüssige und feste Reagenzien
- Tropfpipetten
- Ständer
- Reagenzien
- Eppendorf-Gefäße
- Spatel zum Dosieren von festen Stoffen
- Stäbe aus Glas oder Kunststoff zum Mischen
- Küchenkrepp zum Reinigen der Tüpfelraster bzw. Zellkulturplatten

Tüpfelplatten:

- klassische Glastüpfelplatte nach Feigl
- Porzellantüpfelplatte
- Tüpfelraster
- Zellkulturplatten mit 12 oder 24 Vertiefungen aus Polystyrol

Flaschen für flüssige und feste Reagenzien:

- für die meisten flüssigen Reagenzien Tropfflaschen für Augentropfen aus Kunststoff
- für spezielle, lichtempfindliche Reagenzien Flaschen aus braunem Glas mit Tropfpipette
- für feste Stoffe Eppendorf-Gefäße oder 10 ml Pulverflaschen aus Kunststoff

Tropfpipetten

- aus Kunststoff zum Aufbringen von Probelösungen auf die Tüpfelplatte
- Tropfpipetten aus Glas mit Gummihütchen sind weniger empfehlenswert

Ständer

- zum Abstellen von Eppendorf-Gefäßen
- zum Abstellen von Reagenzien-Flaschen (Holzbretter mit entsprechenden Bohrungen)

Eppendorf-Gefäße

- zur Herstellung von Probelösungen
- zum Aufbewahren von festen Reagenzien
- zum bereit stellen von Proben

Stäbe aus Glas oder Kunststoff zum Mischen

- kleine Stäbe aus Glas(5 mm Durchmesser, 5 cm lang) oder Kunststoff zum Mischen bzw. Auflösen von Feststoffen auf der Tüpfelplatte

D 4.2.2. Quantitative Bestimmungen mittels Titrationen im Halbmikro-Maßstab

In der folgenden Übersicht werden zunächst allgemein gültige Basics zur Titration gegeben, anschließend wird auf die Titration im Halbmikromaßstab eingegangen.

D 4.2.2.1 Allgemeine Basics zur Titration

Maßanalyse, was ist das eigentlich?

Definition n. Friedrich Mohr (1855), Lehrbuch der chemisch – analytischen Titriermethode:
„Titrieren ist eigentlich ein Wägen ohne Waage und dennoch sind alle Resultate nach dem Sinne des Ausspruchs der Waage verständlich. In letzter Instanz bezieht sich alles auf eine Wägung. Man macht jedoch nur eine Wägung, wo man sonst viele zu machen hätte.“

Bei der Maßanalyse wird die zu untersuchende Probe mit einem Indikator versetzt. Aus einem Messgefäß wird solange Maßlösung zugesetzt bis es zu einem Farbumschlag kommt. Aus der Menge der verbrauchten Maßlösung, deren Konzentration, dem Probenvolumen und dem Äquivalenz-Faktor kann man die Konzentration des gesuchten Stoffes berechnen.

Titration = Waage

A + B = C

Indikator („Zeiger, Zünglein an der Waage“) verändert seine Farbe:

- wenn die Waage im Gleichgewicht steht (Umschlagspunkt)
- wenn Stoff A verbraucht ist
- Stoff A Konzentration ist unbekannt
- Stoff B Konzentration bekannt
- Stoff B wird aus einem Messgefäß solange zugegeben, bis sich die Farbe des Indikators ändert, das Zünglein an der Waage im Gleichgewicht steht
- aus der Menge B kann man auf die Menge A schließen

Voraussetzungen für maßanalytische Bestimmungen

Eine maßanalytische Bestimmung ist an folgende Bedingungen geknüpft:

- Reaktion muss quantitativ genau definiert verlaufen
- keine störenden Nebenreaktionen
- Reaktionsgeschwindigkeit muss sehr hoch sei
- Reaktion darf und nur in einer Richtung verlaufen
- Endpunkt der Reaktion muss erkennbar sein, oder erkennbar gemacht werden können
- Maßlösung muss beständig sein

Einteilung maßanalytischer Verfahren

Maßanalytische Verfahren können nach der Art der Titration, der ablaufenden chemischen Reaktion und nach der Methode der Erkennung des Endpunktes eingeteilt werden:

Art der Titration

Titrationenverfahren können eingeteilt werden in:

- direkte Titration
bestimmender Stoff reagiert mit Maßlösung direkt
- indirekte Titration, auch Rücktitration genannt

Der zu bestimmende Stoff wird mit einer bekannten, im Überschuss vorliegenden Menge Maßlösung versetzt. Die überschüssige Maßlösung wird zurücktitriert. Die Differenz

zwischen zugesetzter und zurücktitrierter Maßlösung entspricht der Konzentration des zu analysierenden Stoffes.

- Verdrängungstiteration, auch Substitutionstiteration genannt

Das Prinzip dieser Titeration besteht darin, dass eine schwache Säure oder Base aus ihren Salzen oder leicht an EDTA gebundene Metallionen (Magnesium) durch eine stärkere Säure oder Base bzw. stärker an EDTA bindende Metallionen verdrängt werden.

Chemische Reaktion als Grundlage:

Man unterteilt in:

- Ionenkombinationsreaktionen

Das Merkmal der Ionenkombinationsreaktion ist es, dass Ionen zu neuen Verbindungen zusammen treten. Dazu gehören die Säure-Base-Titeration, die Fällungstiteration und die Komplexbildungstiteration.

- Redoxreaktionen

Das Merkmal der Redoxreaktion ist der Wechsel der Wertigkeit. Wichtige Verfahren sind die Manganometrie, die Jodometrie und die Cerimetrie.

Erkennung des Endpunktes:

- visuelle Erkennung des Endpunktes mit Indikatoren (pH-Indikatoren, Metall-Indikatoren, Adsorptionsindikatoren, Redox-Indikatoren)
- Indikation des Endpunktes mit Hilfe physikalischer Verfahren (Änderung der Leitfähigkeit = Konduktometrie, Änderung der Spannung = Potentiometrie)

D 4.2.2.2. Halbmikro-Titeration

Die Halbmikrotiteration ist ein Verfahren, wo die klassische Glasbürette durch eine 1 ml Spritze ersetzt ist. Als Alternative zur klassischen Titeration mit 25 oder 50 ml Büretten bieten sich 1 ml Tuberkulin-Spritzen mit einer 0,01 ml Teilung an. Auf den Konus wird eine Kanüle (Größe 20) befestigt. Eine Alternative zur Kanüle ist eine abgeschnittene, gelbe 100 µL Eppendorf – Pipetten-Spitze. Insulinkanülen haben ein geringeres Tropfenvolumen, dies bedingt eine bessere Genauigkeit der Dosierung.

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 Makrotiteration
- in der praktischen Analytik bewährt, für spezielle Fragestellungen seit vielen Jahren Test-Kits im Handel

Nachteile:

- geringere Haltbarkeit, da sich Skalen bei längerer Benutzung abgreifen, Spritze ist ja nur für Einmalanwendung konzipiert
- Ablesung schwieriger, vor allem bei stark gefärbten Maßlösungen wie Iod
- luftblasenfreies Aufziehen und die Arbeitstechnik muss geübt werden (30 min Training)

In der Regel lässt sich eine Makromethode in eine Halbmikromethode umwandeln, indem die Probemenge so gewählt wird, dass der Verbrauch an Maßlösung bei 0,4-0,9 ml liegt, d.h. ein

Zwanzigstel bis ein Zehntel der Probemenge einer Makrobestimmung einsetzen. Als Titrationsgefäße verwendet man, wenn erhitzt werden muss, 25 oder 50 ml Erlenmeyer - Kolben, sonst sind auch glasklare, farblose Gefäße aus Glas oder Plaste verwendbar.

Luftblasenfreies Aufziehen von Tuberkulin-Spritzen:

- Spritze mit Kanüle oder abgeschnittener Pipetten-Spitze versehen
- 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 austritt
- gegebenenfalls bis zur Marke 1 Lösung nachsaugen

Die Halbmikrotitration wird auch zur schnellen Untersuchungen von Proben, insbesondere von Wasser an Ort und Stelle eingesetzt. Speziell konzipierte Testsätze erlauben eine Untersuchung ohne weitere Hilfsmittel an Ort und Stelle. Aus den gewonnenen Ergebnissen können Entscheidungen getroffen und einzuleitende Maßnahmen begründet werden.

Beispiele für handelsübliche Testsätze zur Untersuchung an Ort und Stelle

Untersuchung von Parameter

Wasser

Alkalität (Säure-Verbrauch)
Acidität (Base-Verbrauch)
Calcium
Chlorid
Carbonat-Härte
Gesamthärte
Gelöster Sauerstoff

Wein

Gesamtsäure
Schweflige Säure

Vergleich Makro - und Halbmikrotitration

Um die Genauigkeit und Richtigkeit der Mikrotitrationsergebnisse beurteilen zu können, wurden Vergleichsuntersuchungen mit klassischen Makro - Analysen durchgeführt. Es wurden ca. 0,1 normale Maßlösungen, deren genauer Faktor zu bestimmen war, jeweils 20 mal im Makro - und Halbmikromaßstab mit 0,1 n Titrationsmittellösungen titriert. Die experimentell ermittelten Faktoren der Maßlösungen (Sollwert $f = 1,000$) wurden als Mittelwerte mit Standardabweichungen angegeben. Die größeren Standardabweichungen von Mikro - im Vergleich zu den Makroanalysen sind verständlich, weil sich eine Tuberkulin-Spritze schwieriger luftblasenfrei füllen lässt als eine Bürette. Die guten Übereinstimmungen der Ergebnisse belegen die Zuverlässigkeit der Halbmikrotitrationen, die deshalb für Schule und Ausbildungszwecke empfohlen werden können.

Alkalimetrie

Makro (HCl) = $1,018 \pm 0,001$

Mikro (HCl) = $1,022 \pm 0,004$

Jodometrie

Makro (I_2) = $0,992 \pm 0,001$

Mikro (I_2) = $0,972 \pm 0,004$

Komplexometrie

Makro ($ZnSO_4$) = $1,037 \pm 0,001$

Mikro ($ZnSO_4$) = $1,038 \pm 0,004$

D 4.3. Chemische Basics

D 4.3.1. Qualitative Nachweisreaktionen

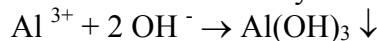
In der folgenden Übersicht sind die ablaufenden Reaktionen beschrieben. In der Schulpraxis weniger geläufige Reaktionen sind ausführlicher beschrieben.

D 4.3.1.1. Nachweis von Kationen

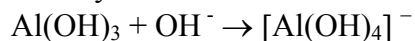
Nachweis von Aluminium-Ionen

Method 1: Amphoterer Verhalten

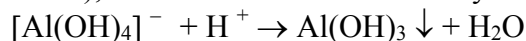
Gibt man zu einer Aluminium-Salz-Lösung Natronlauge, fällt zunächst weißes gallertartiges Aluminiumhydroxid aus. Bei weiterer Zugabe von Natronlauge löst sich der Niederschlag wieder unter Aluminat-Bildung bei $\text{pH} > 12$. Verwendet man als Fällungsmittel Ammoniak-Lösung wird nur ein pH -Wert von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



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



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



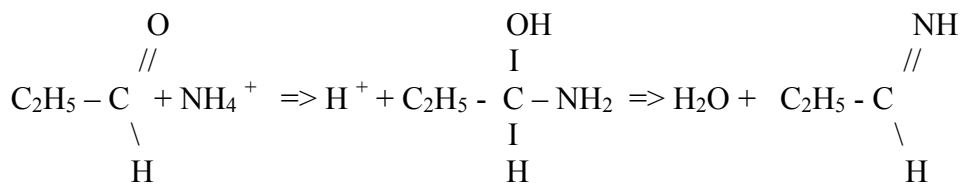
Gibt man zu einer Aluminiumsalzlösung statt Natronlauge Ammoniaklösung (schwächere Base) findet nur eine Ausfällung von Aluminiumhydroxid statt, eine Wiederauflösung des Niederschlages (Aluminat-Bildung) findet nicht statt.

Method 2: Bildung eines Farblackes

Aluminium-Ionen bilden in schwach saurer Lösung mit Alizarin S einen roten Farb-Lack. In schwach saurer Lösung ist Alizarin S gelb gefärbt.

Nachweis von Ammonium-Ionen

Aldehyde reagieren mit Ammoniak bzw. Ammonium-Ionen, es entsteht zunächst Aldehyd-Ammoniak. Bei Ammoniumsalzen wird auch ein Proton abgespalten, dadurch sinkt der pH -Wert. Aus dem Aldehyd-Ammoniak entsteht durch Wasserabspaltung ein Aldimin.



Propionaldehyd

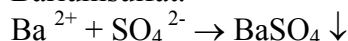
1-Aminopropanol (1)

Propylaldimin

Die Aldehyd-Lösung wird mit Natriumcarbonat leicht alkalisiert und mit Phenolphthalein, Kresolphthalein oder Thymolphthalein-Lösung angefärbt. Nach Zugabe der Probelösung tritt schlagartig Entfärbung ein.

Nachweis von Barium-Ionen

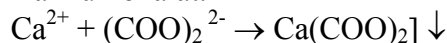
Barium-Ionen reagieren mit Sulfat-Ionen, es entsteht ein weißer Niederschlag von Bariumsulfat.



Nachweis von Calcium-Ionen

Methode 1: Nachweis als Kalziumoxalat

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



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.

Nachweis von Eisen (III)-Ionen

Methode 1: Nachweis als Thiocyanat

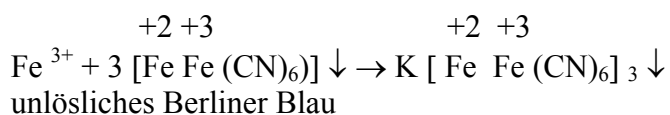
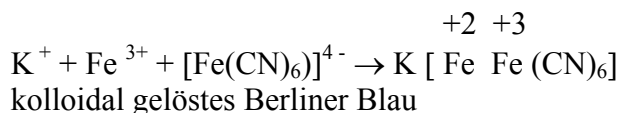
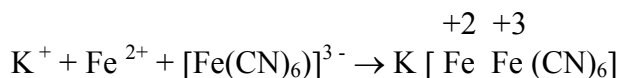
Eisen(III)Ionen reagieren mit Thiocyanat-Ionen, es entsteht blutrotes, lösliches aber undissoziiertes Eisen(III)-Thiocyanat.



Zweiwertiges Eisen muss mit Wasserstoffperoxid und Salzsäure oxidiert werden.

Methode 2: Nachweis als Berliner Blau

Kaliumhexacyanoferrat (II) gelbes Blutlaugensalz reagiert mit Eisen(III)-Ionen, es entsteht ein blauer Niederschlag von Berliner Blau. Zum Nachweis von Eisen(II)-Ionen wird Kaliumhexacyanoferrat (III) (rotes Blutlaugensalz) und zum Nachweis von Eisen(III)-Ionen wird Kaliumhexacyanoferrat (II) (gelbes Blutlaugen - salz eingesetzt. Es entsteht „Berliner Blau“, welches kolloidal gelöst oder als Niederschlag ausfallen kann. Kolloidal gelöstes „Berliner Blau“ entsteht bei einem Molverhältnis von 1:1, Bei einem Überschuss von Blutlaugensalz fällt das Berliner Blau als Niederschlag aus.



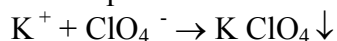
Methode 3: Bildung von Farbkomplexen mit Pyridin-Derivaten

Eisen(III)-Ionen lassen sich mit Ascorbinsäure zu Eisen(II)-Ionen reduzieren. Diese reagieren mit Dipyridyl, es entsteht ein rosafarbener Farbkomplex. Mit 1.10 Phenanthrolin entsteht ein orangeroter Farbkomplex.

Nachweis von Kalium-Ionen

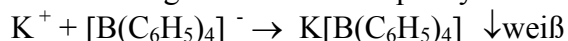
Methode 1: Nachweis als Perchlorat

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



Methode 2: Nachweis als Tetraphenylborat

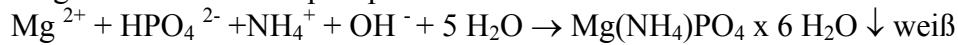
Kalium-Ionen reagieren mit Natriumtetraphenylborat (Kalignost), es entsteht ein weißer Niederschlag von Kaliumtetraphenylborat.



Nachweis von Magnesium-Ionen

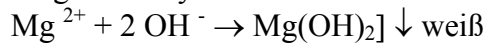
Methode 1: Nachweis als Ammoniummagnesiumphosphat

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



Methode 2: Bildung eines Farblackes mit Titangelb

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

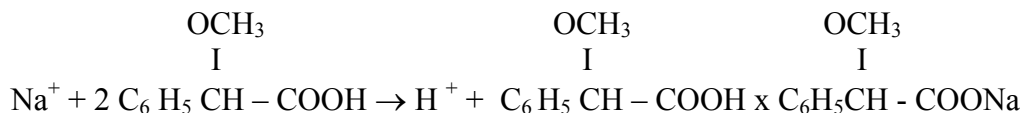


Titangelb lagert sich an das Magnesiumhydroxid an, es entsteht ein roter Farb-Lack.

Nachweis von Natrium-Ionen

Nachweis als Methoxyphenylacetat

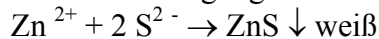
Natrium-Ionen bilden mit Methoxyphenylelessigsäure einen weißen kristallinen Niederschlag, der aus je einem Molekül Säure und Salz besteht. Der Nachweis ist nicht sehr empfindlich, daher sollte die Probelösung möglichst konzentriert sein, ($c(\text{Na}^+) > 1 \text{ mol/L}$). Es empfiehlt sich daher, eine gesättigte Probelösung einzusetzen.



Nachweis von Zink-Ionen

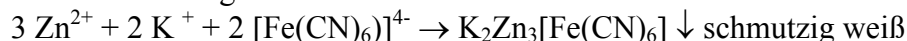
Methode 1: Nachweis als Zinksulfid

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.



Methode 2: Nachweis als Hexacyanoferrat

Zink-Ionen reagieren mit Kaliumhexacyanoferrat (II) (gelbes Blutlaugensalz) unter Bildung eines schmutzig weißen Niederschlages von Kaliumzinkhexacyanoferrat (II). Der Niederschlag ist in Salzsäure nicht löslich.



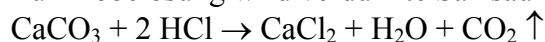
Methode 3: Bildung eines Farbkomplexes mit Xylenolorange

Zink-Ionen bilden mit Xylenolorange in acetatgepufferter Lösung einen rotvioletten Farbkomplex. Der Indikator ist in acetatgepufferter Lösung gelb gefärbt.

D 4.3.1. 2. Nachweis von Anionen

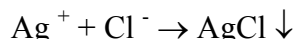
Nachweis von Carbonat-Ionen

Zur Probelösung wird verdünnte Salzsäure gegeben, es findet ein Aufbrausen statt.

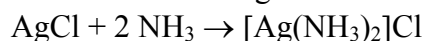


Nachweis von Chlorid-Ionen

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

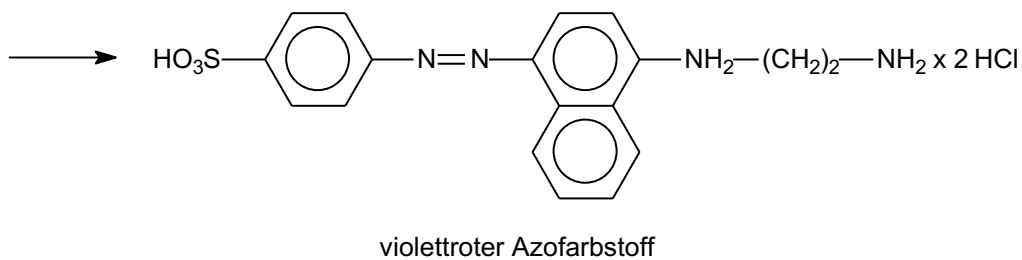
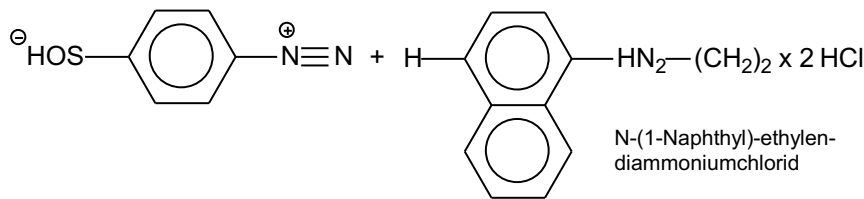
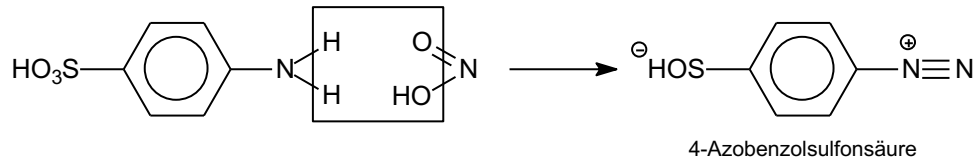
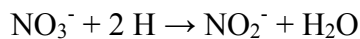
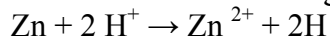


Dieser Niederschlag löst sich leicht in Ammoniaklösung.



Nachweis von Nitrat-Ionen

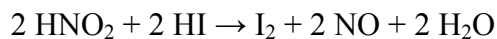
Nitrat wird durch naszierenden Wasserstoff, welcher aus Zink und Essigsäure entsteht, zu Nitrit reduziert. Dies reagiert mit Griess-Reagenz, es entsteht ein rotvioletter Azofarbstoff



Nachweis von Nitrit-Ionen

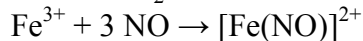
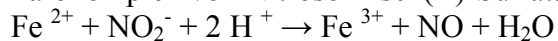
Methode 1: Oxidation von Iodid zu Iod

Nitrit-Ionen oxidieren in phosphorsaurer Lösung Iodid-Ionen zu elementarem Iod, welches mit Stärke einen blauen Farbkomplex bildet.



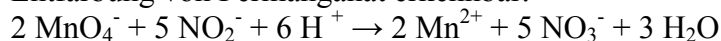
Methode 2: Bildung von Nitroso-Eisen(II)-Sulfat

Eisen(II)-Ionen werden durch Nitrit in saurer Lösung zu Eisen(III)-Ionen oxidiert. Das gebildete Stickstoffmonoxid bildet mit überschüssigen Eisen(II)-Sulfat einen braunen Farbkomplex von Nitroso-Eisen(II)-Sulfat.



Methode 3: Reduktion von Kaliumpermanganat

Nitrit wird in saurer Lösung durch Kaliumpermanganat zum Nitrat oxidiert, während das Permanganat zum zweiwertigen Mangan-Ion reduziert wird. Das Ergebnis ist an der Entfärbung von Permanganat erkennbar.



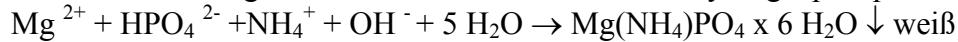
Methode 4: Bildung eines Azofarbstoffes

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

Nachweis von Phosphat-Ionen

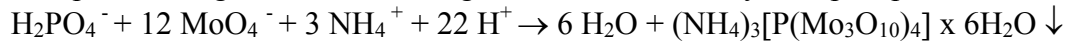
Methode 1: Nachweis als Ammoniummagnesiumphosphat

Magnesiummischung 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 Di-Ammoniumhydrogenphosphat statt.



Methode 2: Molybdänblau-Reaktion

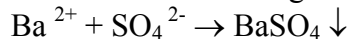
Phosphat bildet mit Ammoniummolybdat in saurer Lösung bei hohen Konzentrationen an Phosphat einen gelben Niederschlag von Ammoniummolybdatophosphat.



Bei geringen Konzentrationen ist keine Farbveränderung feststellbar. Durch Reduktionsmittel lässt sich der gebildete Komplex reduzieren, es entsteht Molybdänblau. Es ist ein Gemisch aus verschiedenen Oxidationsstufen des Molybdäns.

Nachweis von Sulfat-Ionen

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



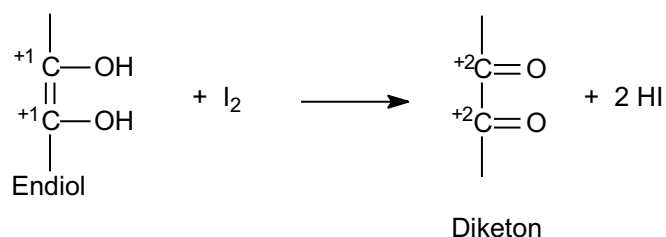
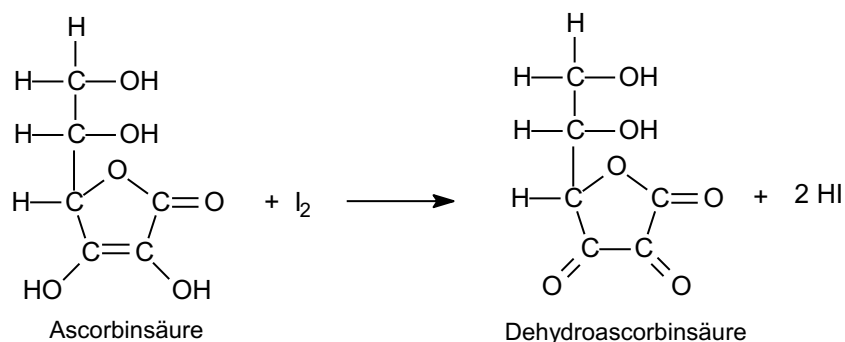
D 4.3.1.3. Nachweis von organischen Stoffen

Nachweis von Alkoholen mit Ammonium-Cer(IV)-Nitrat-Lösung:

1 Tropfen Probelösung wird mit einem Tropfen Ammonium-Cer(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.

Nachweis von Ascorbinsäure:

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



Folgende Oxidationsmittel werden als Reagenzien eingesetzt:

- Eisen(III)-Thiocyanat-Lösung,
- Iod-Lösung, mit Stärke angefärbt
- Silbernitrat - 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. Silberionen werden zu elementarem Silber reduziert, dies sieht fein verteilt schwarz aus.

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

Cellulose ergibt mit Zinkchlorid-Iod- Lösung eine blauschwarze Einschlussverbindung. Cellulose reagiert nicht mit Iod-Kaliumiodid-Lösung nach Lugol. Das Zinkchlorid bewirkt ein Aufquellen der Cellulose-Struktur, so dass sich die Iod-Moleküle einlagern können und den blau-violetten Anlagerungskomplex bilden können. Die Farbtonung ist von der Struktur der Cellulose abhängig.

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.

Nachweis von Aceton mit der Iodoform-Probe:

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



Protein-Nachweis Prinzip Eiweißfehler von pH-Indikatoren

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.

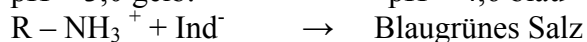
Zwischen pH 3,1 – 4,5 liegt eine grüne Mischfarbe vor.

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



Modifizierte 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-

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.

Nachweis von Milchsäure:

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

D 4.3.2. Quantitative maßanalytische Bestimmungen

D 4.3.2.1. Säure-Base-Titration

Säure - Base - Titrationen sind Neutralisationen. Bei der Titration einer starken Base, z. B. Natronlauge mit einer starken Säure, z.B. Salzsäure ist der Äquivalenz-Punkt identisch mit dem Neutralpunkt (pH = 7). Wird eine starke Säure z.B. Salzsäure mit einer schwachen Base, z.B. Ammoniaklösung titriert, liegt der Äquivalenz-Punkt im saurem Bereich, d. h. pH < 7. Wenn eine schwache Säure, z. B. Essigsäure mit einer starken Base, z.B. Natronlauge titriert wird, liegt der Äquivalenz-Punkt im basischen Bereich, pH > 7. Ursache ist die Hydrolyse, d.h. die Protolyse von Salz - Ionen mit Wasser.

Indikatoren:

Titrationen von starker Säure mit starker Base:

Methylrot, Phenolphthalein, Methylorange, Bromthymolblau, Mischindikator nach Tashiro, Sher und Cooper,

Titrationen von starker Säure mit schwacher Base:

Methylrot, Methylorange, Mischindikator nach Tashiro, Sher und Cooper,

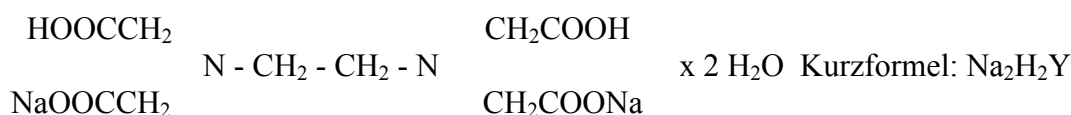
Titrationen von schwacher Säure mit starker Base:

Phenolphthalein

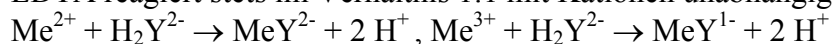
Phenolphthalein sollte durch Kresolphthalein oder Thymolphthalein ersetzt werden

D 4.3.2.2. Komplexometrische Titration

Die Komplexometrie ist ein maßanalytisches Verfahren zur Bestimmung von Metall-Ionen mit Hilfe von Komplexbildnern. Als Komplexbildner wird das Di-Natriumsalz der Ethylendiamin - tetraessigsäure (EDTA) meistens verwendet.



EDTA reagiert stets im Verhältnis 1:1 mit Kationen unabhängig von der Ionenladung.



Aus diesem Grunde verwendet man in der Komplexometrie molare Maßlösungen.

Prinzip der Komplexometrie:

Die Probelösung, welche die zu untersuchenden Metallionen enthält, wird mit einem Metall-indikator versetzt. Es entsteht ein farbiger Metallindikator-Komplex, der eine andere Farbe als der freie Indikator hat. Durch den Komplexbildner EDTA wird der Indikator aus dem relativ schwachen Metallindikator-Komplex verdrängt und liegt in seiner freien Form wieder vor.

Komplexstabilitätskonstante:

Sie ist ein Maß für die Beständigkeit des gebildeten EDTA - Komplexes. Je höher der Wert ist, umso fester ist das Metall-Ion an den Komplexbildner gebunden. Die Zahlenwerte sind in Tabellenbüchern nachzuschlagen. Sie ist durch den pH - Wert der Lösung variierbar.

Bedingungen für die komplexometrische Titration:

Da bei der Komplexbildung Protonen abgespalten werden, ist es wichtig, den pH - Wert der Lösung konstant zu halten. Dieses geschieht mittels Pufferlösungen. Die Indikation des Äquivalenz-Punktes erfolgt mit Metallindikatoren. Es sind sehr farbintensive Verbindungen, die nur in geringsten Mengen erforderlich sind.

Möglichkeiten für komplexometrische Titrations:

Neben den Möglichkeiten der direkten, indirekten und Substitutionstitration besteht hier die Möglichkeit der Simultantitration. Durch unterschiedliche Komplexbildungskonstanten ist es möglich, Ionen bei verschiedenen pH - Werten nebeneinander zu titrieren, aber auch durch unterschiedliche Maskierungsmittel („Verschleierungsmittel“) ist es möglich bestimmte Ionen selektiv zu maskieren.

D 4.3.2.3. Redox Titration

Das Wesen der Redox-Titration, auch Oxidimetrie genannt, liegt darin, dass der zu bestimmende Stoff über eine Oxidation - oder Reduktionsreaktion bestimmt wird.

Das Redox-Potential:

Das Redox-Potential ist ein Maß für das Bestreben eines Stoffes Elektronen aufzunehmen oder abzugeben, es charakterisiert die Stärke des Oxidation - bzw. Reduktionsmittels.

Es wird gegen eine Standardwasserstoffelektrode gemessen, und in Volt angegeben.

Redox-Potentiale können in Tabellenbüchern nachgeschlagen werden.

Es gilt:

Ob ein Stoff oxidierend oder reduzierend wirkt, kann nur im Vergleich mit dem Reaktions - partner entschieden werden. Es müssen die Standardpotentiale der Redoxpaare verglichen werden. Ein starkes Oxidationsmittel hat ein hohes, ein starkes Reduktionsmittel ein geringes Standardpotential.

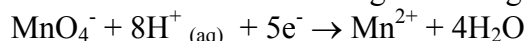
Bedingungen für Redox-Titrations:

- zwei korrespondierende Redox-Paare müssen in Reaktion treten.
- Potential des Oxidationsmittels muss größer als das des Reduktionsmittels sein
- Potentialdifferenz muss mindestens 0,25 V betragen, um eine ausreichende Reaktionsgeschwindigkeit für die Titration zu haben.

D 4.3.2.3.1. Manganometrie

Kaliumpermanganat ist ein starkes Oxidationsmittel, welches häufig für Redox-Titrations eingesetzt wird. In stark schwefelsaurer Lösung wird das siebenwertige Mangan (violett) zum zweiwertigen Mangan (farblos) reduziert. Der Äquivalenz-Punkt ist an einen Überschuss an Maßlösung erkennbar. Ein Indikator ist nicht erforderlich

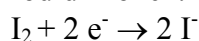
Die elektrochemische Wertigkeit beträgt 5 (7 - 2).



Maßlösung ist eine 0,02 mol/l Kaliumpermanganat-Lösung. Zum Ansäuern verwendet man Schwefelsäure, da sie durch Permanganat nicht oxidiert wird.

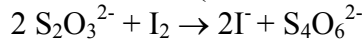
D 4.3.2.3.2. Jodometrie

Die Grundlage der Jodometrie ist die umkehrbare Reaktion zwischen elementarem Iod und Iodid - Ionen. Elementares Iod ist ein Oxidationsmittel, Iodid - Ionen sind Reduktionsmittel.



Reduzierende Stoffe, z. B. Sulfit kann durch Titration mit Iod-Lösung bestimmt werden.

Oxidierende Stoffe, z. B. Wasserstoffperoxid reagiert mit angesäuerter Kaliumiodid-Lösung unter Iod-Abscheidung. Das gebildete Iod wird durch Titration mit Natriumthiosulfat-Lösung ermittelt. Die Oxidation von Iodid ist eine Zeitreaktion. Deshalb es erforderlich, die in der Analysenvorschrift angegebene Wartezeit exakt einzuhalten. Da Iod flüchtig und lichtempfindlich ist, muss das Reaktionsgemisch in einen mit Glasstopfen verschlossenen Titrierkolben (Jodzahl-Kolben) vor Licht geschützt aufbewahrt werden.

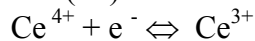


Als Indikator für iodometrische Titrations dient Stärkelösung, welche mit Iod eine blau gefärbte Einschluss-Verbindung bildet, welche nur in kalten Lösungen beständig ist. Bei der Bestimmung von Reduktionsmitteln durch direkte Titration mit Iod-Lösung wird bis zur blauen Färbung titriert. Bei der Bestimmung von Oxidationsmitteln wird zunächst die braune Iod-Lösung mit Natriumthiosulfat bis zur Gelbfärbung, nach Zusatz von Stärkelösung langsam bis zur Entfärbung titriert. Zinkiodid-Stärke-Lösung ist jahrelang haltbar.

Anstelle von Iod-Lösung ist es auch möglich, Kaliumiodat-Lösung oder Iodat – Iodid-Lösung vor allem bei Halbmikrotitrations einzusetzen. Iodat und Iodid komproportionieren in saurer Lösung zum Iod. $\text{IO}_3^- + 5 \text{I}^- + 6 \text{H}^+ \rightarrow 3 \text{I}_2 + 3 \text{H}_2\text{O}$

D 4.3.2.3.3. Cerimetrie

Cer (IV) -Sulfat ist ein Oxidationsmittel.



gelb farblos

Als Redox-Indikator verwendet man Ferroin, eine tiefrote Komplexverbindung aus Eisen (II)-Sulfat und 1.10 Phenanthrolin. Sie lässt sich oxidieren, es entsteht der blaue Eisen (III) -Komplex (Ferriin). Cer (IV)-Sulfat-Lösung lässt sich anstelle von Kaliumpermanganat-Lösung mit folgenden Vorteilen einsetzen: Sie ist eine unbegrenzte haltbare Maßlösung und ist im Gegensatz zu Permanganat auch einsetzbar für Lösungen, welche Salzsäure enthalten. Cer(IV)-Sulfat ist ein starkes Oxidationsmittel, das Standardpotential $\text{Ce}^{3+} / \text{Ce}^{4+}$ beträgt 1,6 V. Der Reaktionsverlauf ist einfach. Die geringere Farbintensität der Lösung im Gegensatz zu Permanganat lässt ein besseres Ablesen in der Spritze zu. Die 0,1 mol/l Cer(IV)-Sulfat -Lösung ist als reizend eingestuft, daher sind Schülerexperimente möglich. Versuchsreste der HM – Titration können in den Ausguss gegeben werden, da sie in die WGK 1 eingestuft sind.

D 4.3.2.4. Fällungstitation

Bei der Fällungstitation werden die Ionen der zu untersuchenden Probe mit den Ionen der Maßlösung in schwer lösliche Verbindung überführt. In der Maßanalyse werden vor allem Halogenid - und Thiocyanat-Ionen-Konzentrationen mit Silbernitrat-Lösung bestimmt.

Bedingungen für Fällungstitationen:

- möglichst kleines Löslichkeitsprodukt der ausgefällten Verbindung
- Die Anfangskonzentration des zu bestimmenden Ions darf nicht zu gering sein
- Der Äquivalenz-Punkt muss erkennbar sein

Konsequenzen für die Praxis:

- Der zu untersuchende Stoff sollte möglichst in einer Konzentration von etwa 0,1 mol/l vorliegen, als Maßlösung verwendet man eine 0,1 mol/l Silbernitrat-Lösung.
- Die Konzentration des zu untersuchenden Stoffes sollte nicht geringer als 0,01 mol/l sein. Die Minimalkonzentration der Silbernitrat-Lösung sollte 0,01 mol/l betragen.

Methoden der Erkennung des Äquivalenz-Punktes:

- Bildung eines gefärbten Niederschlages Methode nach Mohr
- Bildung einer gefärbten Lösung Methode nach Volhard
- Einsatz eines Adsorptionsindikator Methode nach Fajans

Bildung eines gefärbten Niederschlages Methode nach Mohr

Der zu untersuchenden Probe wird Kaliumchromat-Lösung als Indikator beigegeben. Silberionen bilden mit Halogenid- und Chromat-Ionen Niederschläge. Silberhalogenide haben eine geringere Löslichkeit als Silberchromat, und allen daher zuerst aus. Wenn das Silber-Halogenid ausgefällt ist, fällt das Silberchromat aus. Silberhalogenide sind weiß bis gelblich, Silberchromat ist rotbraun. Der Äquivalenz-Punkt ist erreicht, wenn der erste Tropfen Silbernitrat-Lösung die zu titrierende Lösung orangerot verfärbt. Der Vollständigkeit halber wurde das Prinzip der Titration nach Mohr aufgenommen. Die praktische Durchführung sollte unterbleiben, da Kaliumchromat ein krebserzeugender Stoff ist.

Bildung einer gefärbten Lösung, Methode nach Volhard

Chlorid-Ionen werden mit einem Überschuss an Silbernitrat-Lösung gefällt.

Mit Ammonium – Thiocyanat-Lösung wird die nicht verbrauchte Silbernitrat-Lösung zurücktitriert. Als Indikator verwendet man Eisen (III) –Ammoniumsulfat-Lösung, welches mit Thiocyanat blutrotes Eisen - (III)-Thiocyanat bildet. Das ausgefällte Silberchlorid hat eine größere Löslichkeit als Silber -Thiocyanat. Bei Zugabe von Thiocyanat wird vorhandenes Silberchlorid gelöst. Deshalb muss es vor der Titration durch Filtration abgetrennt werden. Es ist aber auch möglich den Niederschlag nach der Fällung durch kräftiges Schütteln zusammenzuballen und zusätzlich durch organische Lösungsmittel, z.B. 1-Propanol vor der Reaktion mit Thiocyanat zu schützen.

Einsatz eines Adsorptionsindikator, Methode nach Fajans

Als Adsorptionsindikator werden oft Fluorescein oder Eosin eingesetzt. Es handelt sich hier um anionische Farbstoffe. Gibt man zu einer Halogenidlösung Silbernitrat-Lösung, fällt das Silberhalogenid aus. Dieses adsorbiert Chlorid-Ionen und wird dadurch negativ aufgeladen. Beim Überschreiten des Äquivalenz-Punktes herrscht ein Überschuss an Silberionen. Der Niederschlag adsorbiert Silberionen und wird dadurch positiv aufgeladen. Der Niederschlag zieht nun Fluorescein-Anionen an, dies ist mit einem Farbumschlag verbunden, dessen Ursache ist die Verformung der Elektronenhülle des Indikators ist.

E 5. Arbeitsvorschriften

x

E 5.1. Experimentieranleitungen zu qualitativen Nachweisen mittels Tüpfelanalytik

E 5.1.1. Anorganische Stoffe

Aluminium-Nachweis in essigsaurer Tonerde

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

Durchführung

1 Tropfen Probe, 1 Tropfen Ammoniak, weißer Niederschlag, **schwarze Unterlage** oder 1 Tropfen Probe, 1 Tropfen Alizarin S, rotviolette Färbung **weiße Unterlage**
Bind-Probe mit Essigsäure, gelbe Färbung, **weiße Unterlage**

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 nachweisen.

Durchführung:

Probeprobereitung:

in ein 25 ml Becherglas 2 mm hoch destilliertes Wasser einfüllen und Alaunstift einige Minuten einstellen

Kalium-Nachweis:

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

Aluminium-Nachweis:

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

oder 1 Tropfen Probe, 1 Tropfen Alizarin S, rotviolette Färbung **weiße Unterlage**

Bind-Probe mit Essigsäure, gelbe Färbung, **weiße Unterlage**

Sulfat-Nachweis:

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

Nachweis von Ammonium

Probematerial:

Hirschhornsalz, Salmiak zum Löten, Blumendünger

Durchführung:

Probeprobereitung:

1 Spatel Substanz in 5 ml destilliertem Wasser lösen, evtl. filtrieren

Ammonium-Nachweis

1 Tropfen Propionaldehyd-Lösung, 1 Tropfen Cresolphthalein-Lösung,

1 Tropfen Natriumcarbonat-Lösung, rotviolette Färbung,

alternativ Thymolphthalein (blau) oder notfalls Phenolphthalein (pink)

1 Tropfen Probe-Lösung **weiße Unterlage**

augenblickliche Entfärbung der rotvioletten Lösung

Untersuchung von Gips

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

Durchführung:

Probeprobereitung:

1 Spatel Gips mit 5 ml destilliertem Wasser mischen, durchschütteln und filtrieren

Calcium-Nachweis:

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

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

weiße Unterlage

Sulfat-Nachweis:

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

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).

Durchführung:

Probeprobereitung:

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

Gasentwicklung abwarten, nach Auflösung filtrieren

Calcium-Nachweis:

1 Tropfen Probe, 1 Tropfen Ammoniumoxalat, weißer Niederschlag, **schwarze Unterlage**
1 Tropfen Probe, 1 Tropfen Natronlauge, 1 Löffel Calconcarbonsäure, violette Färbung,
weiße Unterlage

Nachweis von Carbonat-Ionen

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

Durchführung:

Probematerial:

Backpulver, Waschpulver, Natron, Soda, Pottasche, Hirschhornsalz

Carbonat-Nachweis:

1 Spatel-Spitze Probe auf Tüpfelraster, 1 Tropfen Essigsäure oder Salzsäure (10 %), Gasentwicklung (Aufschäumen), **schwarze Unterlage**

Nachweis von Chlorid-Ionen

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

Durchführung:

Probematerial:

Kochsalz, Diät-Salz, Brühpulver, Schinken, Wurst

Probeprobereitung:

1 Spatel Probe mit 5 ml destilliertem Wasser mischen, durchschütteln und filtrieren. Bei stark gefärbten Produkten kann eine Zugabe von gepulverter Aktivkohle vor der Filtration erforderlich sein. Schinken, Wurst klein schneiden, mit wenig Wasser mischen, kurz aufkochen, abkühlen lassen

Chlorid-Nachweis:

1 Tropfen Probe, 1 Tropfen Salpetersäure, 1 Tropfen Silbernitrat-Lösung, weißer Niederschlag, **schwarze Unterlage**

Eisen-Nachweis

Zum Nachweis eignen sich Eisendünger aus dem Baumarkt und Moos-Entfernungsmittel auf der Basis Eisensulfat

Durchführung:

Probematerial:

Eisendünger, Moos-Entfernungsmittel

Probeprobereitung:

1 Spatel Probe mit 5 ml destilliertem Wasser mischen mit einigen Tropfen Salzsäure versetzen, durchschütteln und filtrieren

Eisen-Nachweis:

1 Tropfen Probe 1 Tropfen Wasserstoffperoxid (3%), 1 Tropfen Ammoniumthiocyanat, blutrote Färbung **weiße Unterlage**
oder

1 Tropfen Probe 1 Tropfen Wasserstoffperoxid (3%), 1 Tropfen Kaliumhexacyanoferrat (II), blaue Färbung **weiße Unterlage**
oder

1 Tropfen Probe 1 Tropfen Wasserstoffperoxid (3%), 1 Tropfen Ammoniumthiocyanat, blutrote Färbung **weiße Unterlage**
oder

1 Tropfen Probe 1 Tropfen Ammoniumacetatpuffer, 1 Löffel Ascorbinsäure, 1 Tropfen Dipyridyl, rosenrote Färbung **weiße Unterlage**
oder

1 Tropfen Probe 1 Tropfen Ammoniumacetatpuffer, 1 Löffel Ascorbinsäure, 1 Tropfen Phenanthrolin, orangefarbene Färbung **weiße Unterlage**

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

Kaliumnachweis:

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 Methoxyphenylelessigsäure, weißer Niederschlag

schwarze Unterlage

Untersuchung von Bittersalz

Magnesiumsulfat ist Bittersalz und 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 Bariumchlorid.

Durchführung:

Probevorbereitung:

1 Spatel Probe in 5 ml destilliertem Wasser lösen

Magnesium-Nachweis:

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-Nachweis in Brausetabletten

Die Brausetablette muss in destilliertem Wasser aufgelöst werden, da Trinkwasser Magnesium enthält. Der Nachweis erfolgt mit Titangelb. Soll der Nachweis mit Di-Ammoniumhydrogenphosphat erfolgen, ist eine Probevorbereitung erforderlich, siehe Calcium in Brausetabletten.

Durchführung:

Probeprobereitung:

1 Brausetablette in einen 100 ml Erlenmeyer-Kolben geben, der 5 ml destilliertem Wasser und 5 ml Salpetersäure enthält, Gasentwicklung abwarten, nach Auflösung filtrieren, zu dieser Lösung tropfenweise Natronlauge unter Umschütteln bis zur basischen Reaktion (Kontrolle Indikatorpapier)

Magnesium-Nachweis:

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

Nachweis von Natrium-Ionen

geeignete Materialien: Backpulver, Soda, Waschpulver, Bullrichsalz, Glaubersalz, Kochsalz
Die Stoffe werden in destilliertem Wasser gelöst, wobei hier die Lösung gesättigt sein sollte und filtriert wird. Auch die Unterscheidung Kochsalz von Diät-Salz wäre möglich.
Kochsalz enthält Natriumchlorid, Kaliumchlorid wird als Diät-Salz eingesetzt.

Probeprobereitung:

Proben in Wasser lösen, wenn die Lösungen nicht klar und farblos sind, filtrieren
1 Tropfen Probe, 1 Tropfen Methoxyphenylessigsäure, weißer Niederschlag

schwarze Unterlage

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.

Durchführung:

Probeprobereitung:

1 Spatel Probe in 5 ml destilliertem Wasser lösen

Kalium-Nachweis:

1 Tropfen Probe, 1 Tropfen Kalignost, weißer Niederschlag, schwarze Unterlage

Nitrat-Nachweis:

1 Tropfen Probe, 2 Tropfen Essigsäure, 1 Löffel Magnesiumpulver, nach 3 min 1 Löffel Nitrit-Reagenz zugeben, rotviolette Färbung,

weiße Unterlage

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.

Durchführung:

Probeprobereitung:

Radieschen in Scheiben schneiden

Nitrat-Nachweis:

Radieschen-Scheiben auf Tüpfelraster legen, auf die Scheiben 2 Tropfen 1 mol/l Salzsäure, 1 Löffel Magnesiumpulver, nach 3 min 1 Löffel Nitrit-Reagenz geben, rotviolette Färbung,

weiße 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

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.

Durchführung:

Probematerial:

Schinken, Wurst

Probeprobereitung:

Schinken, Wurst klein schneiden, mit wenig Wasser mischen, kurz aufkochen, abkühlen lassen

Phosphat-Nachweis:

1 Tropfen Probe, je 1 Tropfen Phosphatreagenz I und II, blaue Färbung, weiße Unterlage
Zur Untersuchung eignet sich auch gut die Aufguss-Flüssigkeit von Bockwurstkonserven

Zink-Nachweis in Zinksalbe

Als Probematerial eignen sich zinkhaltige Salben und Hautcreme. Der Nachweis sollte hier nicht als Zinksulfid erfolgen, da die saure Probelösung mit dem Reagenz unter Freisetzung von Schwefelwasserstoff reagiert. Dies führt zu Geruchsbelästigungen. Der Nachweis sollte nur mit Xylenorange erfolgen.

Durchführung:

Probematerial:

Zinksalbe, Hautcreme

Probeprobereitung:

Etwa 2 g Probe mit 10 ml Essigsäure (10 %) mischen, kurz aufkochen, abkühlen lassen

Zink-Nachweis:

1 Tropfen Probe, 1 Tropfen Acetatpuffer, 1 Löffel Xylenorange, rotviolette Färbung
Blindprobe mit Essigsäure , gelb

weiße Unterlage

E 5.1.2. organische Stoffe

Ascorbinsäure in Brausetabletten

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

Durchführung:

Probeprobereitung:

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-Nachweis mit Iod:

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

1 Tropfen Probe, sofortige Entfärbung, weiße Unterlage

Ascorbinsäure-Nachweis mit Silbernitrat:

1 Tropfen Probe, 1 Tropfen Silbernitrat-Lösung, schwarze Färbung, **weiße Unterlage**

Nachweis von Cellulose

Zum Cellulose-Nachweis lassen sich verschiedene Materialien einsetzen wie Watte, Zellstoff, Verbandmaterial. Küchenkrepp, Kaffefilter

Durchführung:

Probematerial:

Watte(reine Zellulose), Küchenkrepp, Kaffefilter, Zellstoff, Papiertaschentücher etc.

Cellulose-Nachweis:

1 Tropfen Zinkchlorid-Iod-Lösung, 1 erbsengroßer Wasserbausch o. ä. **weiße Unterlage**

Nachweis von Ethanol

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

Durchführung:

Probematerial:

Wodka, Rasierwasser, Gesichtswasser, Fensterputzmittel,

Alkohol-Nachweis:

1 Tropfen Probe, 1 Tropfen Ammonium-Cer(IV)-Nitrat-Lösung, rote Färbung nicht beständig, **weiße Unterlage**

Nachweis von Milchsäure in Sauerkrautsaft und Sauerkraut-Lake

Milchsäure lässt sich gut in der Aufguss-Flüssigkeit von Salzgurken und in der Lake von Sauerkraut nachweisen. Da vor allem die Sauerkraut-Lake im Sommer nicht haltbar und sehr geruchsintensiv ist, empfiehlt es sich kleinen Portionen einzufrieren.

Durchführung:

Probematerial:

Aufguss von Salzgurken, Sauerkraut-Lake, Sauerkrautsaft

Milchsäure-Nachweis:

1 Tropfen Eisen(III)-Chlorid, 1 Mikrospatel Resorzin, violette Färbung

1 Tropfen Probe, Farbumschlag nach gelb **weiße Unterlage**

Untersuchung von Nagellackentferner

Nagellackentferner kann Aceton aber auch Ethyl-Acetat enthalten (siehe Kennzeichnung) Mittels Tüpfelanalytik kann man die Deklaration überprüfen.

Durchführung:

Aceton-Nachweis mit der Legalprobe:

1 Tropfen Probe, 1 Tropfen Wasser, 1 Löffel Aceton-Reagenz, violette Farbe,

weiße Unterlage

Aceton-Nachweis mit der Jodoform-Probe:

1 Tropfen Probe, 1 Tropfen Iod-Lösung 1 Tropfen Natronlauge, Entfärbung, gelblicher Niederschlag,

weiße oder schwarze Unterlage

Ethyl-Acetat -Nachweis mit der Rojahn-Probe

1 Tropfen Probe, 1 Tropfen Phenolphthalein, 1 Tropfen Natronlauge, langsame Entfärbung,

weiße Unterlage

Untersuchung von Pinselreiniger

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

Durchführung:

Aceton-Nachweis mit der Legal-Probe:

1 Tropfen Probe, 1 Tropfen Wasser, 1 Löffel Aceton-Reagenz, violette Farbe,

weiße Unterlage

Aceton-Nachweis mit der Jodoform-Probe:

1 Tropfen Probe, 1 Tropfen Iod-Lösung 1 Tropfen Natronlauge, Entfärbung, gelblicher Niederschlag,

weiße oder schwarze Unterlage

Ethyl-Acetat-Nachweis mit der Rojahn-Probe

1 Tropfen Probe, 1 Tropfen Phenolphthalein, 1 Tropfen Natronlauge, langsame Entfärbung,

weiße Unterlage

Alkoholnachweis:

1 Tropfen Probe, 1 Tropfen Ammonium-Cer(IV)-Nitrat-Lösung, rote Färbung nicht beständig, weiße Unterlage

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 streichholzkopfgröße 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 ml aufgefüllt
- 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)

Stärke-Nachweis

Als Untersuchungsobjekte bieten sich Mehl, Nudeln und Fertiggerichte an. Enthalten diese modifizierte Stärke, kommt es zu abweichenden Ergebnissen (braun-violette Färbungen) im Vergleich zu reiner Stärke.

Durchführung;

Probematerial:

Pudding-Pulver, Mehl, Kartoffelstärke, Soßenbinder, Kartoffelpüree-Pulver

Stärkenachweis:

1 Spatel-Spitze Probe, 2 Tropfen Iod-Kaliumiodid-Lösung, blauschwarze Färbung,

weiße Unterlage

E 5.1.3.Komplexe Untersuchungen

Salzgurke oder Essiggurke

Milchsäure und Essigsäure haben als Konservierungsmittel für Gemüse schon seit vielen Jahren ihren Platz. Wer kennt nicht die Salzgurken, das Sauerkraut und das milchsauer vergorene Gemüse, welches man in Reformhäusern findet. Aber auch in Essig eingelegtes Gemüse erfreut sich schon seit langem großer Beliebtheit. Essigsäure und Milchsäure lassen sich nicht nur durch ihren Geschmack, sondern auch mittels Eisen(III)-Chlorid unterscheiden. Lactat-Ionen bilden ein gelbgrünes Eisen-Lactat, während Acetat-Ionen ein rotes Eisenacetat bilden. Beide Reaktionen laufen im neutralen bis schwach alkalischen Medium ab. Die Aufguss-Flüssigkeiten werden mit Natriumhydrogencarbonat vorsichtig neutralisiert. Die Substanz wird vorsichtig portionsweise zugegeben. Es wird eine Reagenzglas-Variante und eine Tüpfel-Variante vorgestellt. Die Erprobung erfolgte nicht nur mit stark verdünnten Milchsäure- bzw. Essigsäure-Lösungen (ca. 1%), sondern auch mit Aufguss-Flüssigkeiten. Diese sind lassen von Märkten beschaffbar, wo lose Sauerkraut und Gurken aus dem Fass verkauft werden. Bei Aufguss-Flüssigkeiten wären Störungen möglich, z. B. durch Gewürze

Geräte und Chemikalien

Reagenzgläser, Tüpfelraster, Tropfpipetten, Trichter, Filter, Erlenmeyer-Kolben 50 ml
Messzylinder 10 ml

Milchsäure-Lösung (1 ml Milchsäure mit Wasser zu 100 ml auffüllen),

Essigsäure-Lösung (1 ml Eisessig mit Wasser zu 100 ml auffüllen), Aufguss-Flüssigkeiten

Natriumhydrogencarbonat fest und gesättigte Lösung, Eisen(III)-Chlorid-Lösung 0,05 mol/l

Durchführung

Reagenzglas-Variante

- 10 ml Aufguss bzw. Essigsäure und Milchsäure-Lösung in den Erlenmeyer-Kolben geben
- portionsweise Natriumhydrogencarbonat zugeben, Ende des Aufschäumens abwarten
- filtrieren

- zum Filtrat tropfenweise Eisen(III)chlorid-Lösung geben

Tüpfel-Variante

- auf Tüpfelraster (weiße Unterlage) tropfen 1 Tropfen Probe, 2 Tropfen Eisen(III)chlorid-Lösung, 1 Tropfen gesättigte Natriumhydrogencarbonat-Lösung

Beobachtung

Farbumschlag nach gelb bei Milchsäure, Farbumschlag nach rotbraun bei Essigsäure

Auswertung

Die Eisenchlorid-Reaktion gestattet eine Differenzierung der beiden organischen Säuren

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 Phosphationen 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

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 (KI-Stärke)	Nitrit (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!

E 5.2. Experimentieranleitungen zu maßanalytischen Bestimmungen

Möglichkeiten der Untersuchung von Produkten aus dem Alltag

Übersicht zur Untersuchung von Alltagsprodukten und der zugrunde liegenden Maßanalytischen Methoden

Alltagsprodukt	Methode
Akkusäure	Säure-Base-Titration
Acetylsalicylsäure in Tabletten	Säure-Base-Titration
Aluminium-Aceto-Tartrat-Lösung	Säure-Basen-Titration, Komplexometrie

Ascorbinsäure in Brausetabletten	Redox-Titration (Iodometrie)
Bullrichsalz in Tabletten	Säure-Base-Titration
Calcium gegen verschiedene Indikatoren	Komplexometrie
Calcium-Konzentration in Milch	Komplexometrie
Calcium-Konzentration in Brausetabletten	Komplexometrie
Calcium-Konzentration im Leitungswasser	Komplexometrie
Calcium-Konzentration im Mineralwasser	Komplexometrie
Calciumcarbonat in Eierschalen	Säure-Base-Titration
Chlorbleichlauge, Gehaltsbestimmung	Redox-Titration (Iodometrie)
Essigsäure im Gurkenwasser	Säure-Base-Titration
Gesamthärte im Leitungswasser	
Gesamtsäure in Getränken	Säure-Base-Titration
Gesamtsäure in Rot- und Weißwein	Säure-Base-Titration (Aciquick® -Test)
Glucose in Dextropur-Tabletten	Redox-Titration (Iodometrie)
Iod-Tinktur I (Betaisodana)	Redox-Titration (Iodometrie)
Iod-Tinktur II (alkoholische Iod-Lösung)	Redox-Titration (Iodometrie), Fällungstitration (Fajans)
Kaliumpermanganat-Lösung 1 %	Redox-Titration (Iodometrie)
Kochsalz in	
Physiologischer Kochsalz-Lösung	Fällungstitration (Fajans, Volhard)
Kochsalz in Brühpulver	Fällungstitration (Fajans, Volhard)
Kochsalz im Gurkenwasser	Fällungstitration (Fajans, Volhard)
Magnesium-Konzentration in Bittersalz	Komplexometrie
Magnesium-Konzentration in Brausetabletten	Komplexometrie
Magnesium-Konzentration im Leitungswasser	Komplexometrie
Natriumhydroxid im Abflussreiniger	Säure-Base-Titration
Natriumnitrit im Pökelsalz	Redox-Titration (Manganometrie, Cerimetrie)
Salmiakgeist	Säure-Base-Titration
Schweflige Säure in Weiß- und Rotwein	Redox-Titration (Iodometrie) Sulfoquick®-Test
Wasserstoffperoxid-Lösung 3 %	Redox-Titration (Manganometrie, Iodometrie, Cerimetrie)
Zinkoxid in Zinksalbe	Komplexometrie

Akkusäure

Akkusäure wird als Elektrolyt für Bleiakkumulatoren verwendet. Es handelt sich hier um eine Schwefelsäure (38 %), mit der Dichte von 1,28 g/ml und einer Stoffmengen-Konzentration von 4,8 mol/l.

Acetylsalicylsäure in Tabletten

Acetylsalicylsäure –Tabletten enthalten 500 mg Acetylsaliylsäure pro Tablette. Zur Herstellung der Probelösungen werden diese zunächst in einer Reibschale pulverisiert und danach quantitativ in einen Maßkolben, der 25 ml Ethanol enthält, überführt. Die Lösung bleibt trüb, da in der Tablette wasserunlösliche Bestandteile enthalten sind. Die Trübung stört die Titration nicht, da ASS ist gut in Ethanol löslich ist. Keinesfalls die nicht zerkleinerte Tablette in den Maßkolben geben, die Auflösung erfordert Stunden!

Aluminium-Aceto-Tartrat-Lösung (Essigsäure Tonerde)

Essigsäure Tonerde ist ein freiverkäufliches Medikament, welches bei Prellungen und Verstauchungen eingesetzt wird. Sie wird hergestellt, indem Aluminiumsulfat-Lösung zunächst mit Kalziumkarbonat versetzt wird. Aluminiumhydroxid und Kalziumsulfat werden

ausgefällt, Kohlendioxid entweicht. Das Aluminiumhydroxid wird in einem Unterschuss Essigsäure gelöst, es entsteht basisches Aluminiumacetat. Durch Filtration wird das Kalziumsulfat abgetrennt, und durch Zusatz von Weinsäure wird die Ausfällung von Aluminiumhydroxid verhindert. Zur Qualitätskontrolle ist eine Gesamtsäure - und eine komplexometrische Aluminiumbestimmung neben anderen Untersuchungen im Arzneibuch vorgeschrieben.

Ascorbinsäure in Brausetabletten

Ascorbinsäure Brausetabletten enthalten 180 mg Ascorbinsäure pro Tablette. Zur Herstellung der Probelösung wird eine Tablette in einem Becherglas (150 oder 250 ml) mit 20 ml destilliertem Wasser versetzt. Wenn die Gasentwicklung beendet ist, wird der Inhalt des Becherglases quantitativ in dem Maßkolben überführt und danach mit Wasser aufgefüllt.

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.

Bestimmung von Calcium gegen verschiedene Indikatoren

Bei diesem Experiment sollen exemplarisch verschiedene Indikatoren, die bei der komplexometrischen Calcium-Bestimmung üblich sind, vorgestellt werden.

Indikator	Farbumschlag
Calconcarbonsäure	rotviolett - tintenblau
Fluorexon	gelbgrün fluoreszierend - orange, nicht fluoreszierend
Murexid	rotviolett - blauviolett

Calcium-Konzentration in Milch

100 ml Milch enthalten etwa 120 mg Calcium. Die Milchprobe wird mit Essigsäure versetzt, und erhitzt, dadurch wird das Milcheiweiß ausgefällt. Nach Filtration wird im klaren Filtrat, auch Serum genannt, die Calcium-Konzentration durch komplexometrische Titration ermittelt. Die Titration kann bei pH 12 gegen Calconcarbonsäure oder pH 10 gegen Erio T (Indikator-Puffer-Tabletten) erfolgen

Calcium-Konzentration in Brausetabletten

Calcium Brausetabletten enthalten 400 mg Calcium pro Tablette. Zur Herstellung der Probelösung wird eine Tablette in einem geräumigen Becherglas (150 oder 250 ml) in 20 ml destilliertem Wasser, **hier kein Leitungswasser!!!** versetzt. Nach Abklingen der Gasentwicklung wird der Inhalt des Becherglases mit 5 ml konzentrierter Salpetersäure versetzt und solange erhitzt, bis die Lösung völlig klar ist. Nach dem Abkühlen wird mit Natronlauge gegen Universalindikatorpapier neutralisiert, anschließend quantitativ in dem Maßkolben überführt und danach bis zum Eichstrich mit Wasser aufgefüllt. Der Aufschluss mit Salpetersäure ist erforderlich, um die gesamte Calcium-Konzentration zu ermitteln. Die Brausetabletten enthalten Komplexbildner, die einen Teil des Calciums binden und somit den Nachweis entziehen. Titriert man die trübe Lösung findet man zu geringe Werte.

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.

Essigsäure im Gurkenwasser

Gewürzgurken sind ein beliebter Snack. Wesentlich für den guten Geschmack ist die richtige Zusammensetzung. Der Gehalt an Essig ist dabei sehr wesentlich. Durch eine einfache Titration lässt sich schnell die Konzentration ermitteln.

Bestimmung der Gesamthärte im Trinkwasser

Calcium- und Magnesium-Ionen sind natürlicher Bestandteil des Wassers. Die Konzentration ist geologisch bedingt, regional unterschiedlich. Sie wird in Grad Deutscher Härte(°dH) angegeben, ein Grad Deutscher Härte entspricht einer Kalziumoxid-Konzentration von 10 mg/l. Der Härtegrad ist Bemessungsgrenze für die Dosierung von Waschmitteln im Haushalt. Auch für die Aquaristik und Fischzucht spielt der Härtegrad eine wichtige Rolle.

Härtebereiche nach der Waschmittel-Verordnung:

Härtebereich	Wasserhärte in ° dH	Bezeichnung
1	< 7	weich
2	7 – 14	mittel
3	14 – 21	hart
4	> 21	sehr hart

Die Bestimmung der Gesamthärte erfolgt bei pH 10 gegen Indikator- Puffer-Mischung (Eriochromschwarz T). Dabei werden Calcium – und Magnesium-Ionen als Summe erfasst. Wenn man von der gleichen Probe auch eine Calcium-Bestimmung bei pH 13 durchführt, ist die Differenz aus Gesamthärte und Calcium-Konzentration die Magnesium-Konzentration.

Gesamtsäure in Getränken

Viele Lebensmittel enthalten Säuren. Apfelsaft enthält beispielsweise Apfelsäure, Sauerkraut Milchsäure und Zitronensaft Zitronensäure. In den Lebensmitteln liegen die Säuren als Gemische vor. So enthält natürlicher Zitronensaft nicht nur Zitronensäure sondern auch Ascorbinsäure. Titriert man einen Zitronensaft mit Natronlauge, erfasst man alle vorhandenen Säuren. In der Lebensmittelchemie spricht man von der Gesamtsäure. Titriere ich einen Zitronensaft mit Iod-Lösung erfasse ich die Konzentration der Ascorbinsäure. Der Gehalt an Zitronensäure ergibt sich aus der Differenz aus Gesamtsäure und Ascorbinsäure. Bei ausgewählten Lebensmitteln ist es durchaus üblich neben der Gesamtsäure-Konzentration in mol/L auch die Gehalte an konkreten Säuren in Massenkonzentrationen (g/L) anzugeben. Bei der Bestimmung der Gesamtsäure wird die Getränke-Probe bzw. Essig oder Aufguss-Flüssigkeit von Konserven mit Natronlauge titriert. Dadurch wird nur die Stoffmengen-Konzentration an Säure ermittelt. In der Praxis ist es allerdings so, dass im Proben mehrere Säuren enthalten sind. Die Gesamtsäurekonzentration ist in der Lebensmittelchemie üblicher Parameter. Sie wird je nach Getränk bzw. Produkt auf eine bestimmte Säure bezogen.

Getränk/ Produkt	Säure
Wein	Weinsäure
Apfelsaft	Äpfelsäure
Zitronensaft	Zitronensäure
Sauerkrautsaft und Lake, milchsauer vergorene Konserven	Milchsäure
essighaltige Konservenauflguss-Flüssigkeiten	Essigsäure

geeignete Proben zur Untersuchung sind:

Aufguss-Flüssigkeiten von Essiggurken und anderen essigsauren Konserven, Lake von Sauerkraut und Salz-Dill-Gurken, Apfelsaft, Orangensaft, Weißwein, Zitronensaft

Analysenwerte

Gesamtsäure-Konzentration berechnet als Zitronensäure,

Quelle: Leitsätze für Fruchtsäfte

Saft	Mindestkonzentration in g/L
Orangensaft	6,0
Grapefruitsaft	8,0
Traubensaft	5,0
Apfelsaft	4,0
Ananas-Saft	4,0

Gesamtsäure-Konzentration berechnet als Milchsäure

Quelle: Leitsätze für Gemüseerzeugnisse

Lake	Mindestkonzentration in g/L
Salz-Dill-Gurken	6,0
Sauerkraut	7,5

Gesamtsäure-Konzentration berechnet als Weinsäure

Wein Konzentration

Rotwein	4,0 – 6,0 g/l
Weißwein	4,0 – 9,0 g/l

Gesamtsäure-Konzentration berechnet als Essigsäure

Gurkenaufguss 10 g /l (prüfen!!!)

Weinsäure im Wein nach den „Blaulauge-Verfahren“

In der Weinanalytik ist es üblich, den Weinsäuregehalt mit „Blaulauge“ zu bestimmen. Die schnelle und einfache Bestimmung ohne großen instrumentellen Aufwand der Weinsäure-Konzentration in Weinen ist vor allem für Winzer sehr wichtig. Das Prinzip besteht darin, dass die Weinprobe mit einer mit Indikator (Bromthymolblau) angefärbten Natronlauge solange versetzt wird, bis sich die Probe blau färbt. Aus der Menge der verbrauchten „Blaulauge“ für eine entsprechende Menge Wein kann man den Weinsäure-Gehalt ermitteln. Für die schnelle Untersuchung beim Winzer wurden spezielle Messzylinder entwickelt, wo an der Skala direkt die Weinsäure-Konzentration in g/L abgelesen werden kann.

Es gibt zwei Varianten:

0,133 mol/l Natronlauge für ein Probevolumen von 100 bzw. 10,0 ml Wein (HM-Titration)

0,333 mol/l Natronlauge für ein Probevolumen von 25 bzw. 2,5 ml Wein (HM-Titration)

Blaulauge	ml Natronlauge	ml BTB	auffüllen mit Wasser
	1 mol/L	0,1 %	zu
0,133 mol/l	13,3	2,0	zu 100 ml
0,333 mol/l	33,3	2,0	zu 100 ml

1 ml 0,1 mol/l Natronlauge ist 7,5 mg Weinsäure äquivalent.

Bei einem Probevolumen von 100 ml bzw. 10 ml (HM-Titration) entspricht 1,00 ml bzw. 0,10 ml (HM-Titration) 0,133 mol/l Natronlauge einer Weinsäure-Konzentration von 1 g/l

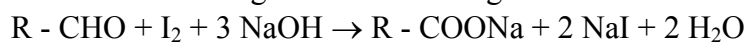
Bei einem Probevolumen von 25 bzw. 2,5 ml (HM-Titration) entspricht 1 ml bzw. 0,10 ml (HM-Titration) 0,33 mol/l Natronlauge einer Weinsäure-Konzentration von 1 g/l.

Gesamtsäure in Rot- und Weißwein, Bestimmung der Gesamtsäure-Konzentration im Wein mit den AciQuick[®]-Test nach Dr. Nilles

Da die Messzylinder-Verfahren relativ ungenau sind, wurde speziell für die Praxis des Winzers vom Weinlabor Dr. Nilles in Volkach ein Gesamtsäure-Test auf der Basis der Halbmikro-Titration entwickelt, der seit vielen Jahren in der Praxis der Winzer bewährt hat. Vorteilhaft ist hierbei auch, dass Rotwein analysiert werden kann. Die klassische Titration gegen einen Farbindikator versagt wegen der Eigenfärbung. Die Bestimmung mittels potentiometrischer Titration ist nicht überall möglich. Die klassische Adsorption an Aktivkohle liefert falsche, erniedrigte Werte, da auch Säuren an die Kohle adsorbiert werden.

Glucose in Dextropur-Tabletten

Glucose reagiert aufgrund der Aldehyd-Struktur mit Natriumhypoiodit. Die Aldehyd-Gruppe wird zur Karbonsäuregruppe oxidiert. Nach diesem Verfahren ist eine analytische Gehaltsbestimmung von Aldosen möglich.



Die Probe wird mit einem Überschuss an Iod in Form von Hypoiodit, versetzt. Hypoiodit entsteht aus Iod und Natronlauge. Nach einer bestimmten Zeit wird durch Zusatz von Säure die Reaktion abgebrochen. Aus Hypoiodid entsteht Iod, dessen Menge durch Titration mit Natriumthiosulfat-Lösung ermittelt wird. Möglichst Tabletten ohne aromatische Zusätze verwenden, da diese zu Abweichungen führen können. Es sollten etwa 1,5 g Tabletten zu 250 ml aufgefüllt werden. In der Probe (1 ml) sollten möglichst etwa 6 mg Glucose vorliegen.

Halbquantitative Bestimmung von Glucose mit Benedict-Reagenz

Diese Methode spielte früher zur Abschätzung der Ausscheidung von Glucose im Harn eine gewisse Rolle, um die Therapie des Diabetes mellitus überwachen zu können. Aber im Unterricht könnte sie eingesetzt werden, um die Zuckerkonzentration in Lebensmitteln abschätzen zu können. Das Prinzip dieses Orientierungstestes besteht darin, dass eine bestimmte Menge Glucose eine bestimmte Menge Kupfer reduziert. Es entstehen Mischfarben aus der blauen Farbe der Reagenzlösung und dem orangeroten Kupfer(I)-Oxid. Wichtig ist, dass das Mischungsverhältnis Probe und Reagenz genau eingehalten wird. Es ist sehr empfehlenswert, zunächst selber eine Farbvergleichsreihe mit Glucose-Lösungen anzufertigen

Glucose- Bestimmung mittels Halbmikrotitration

Es handelt sich hier um eine nachgebaute Methode. Es gab seinerzeit ein „Glycurator-Reagenz“, welches dazu diente, dass Diabetiker ihre Harnzucker-Ausscheidung selbst messen konnten. Es handelte sich um eine modifizierte Benedict-Lösung, die so eingestellt ist, dass 2,5 ml dieser Lösung 50 mg Glucose entsprechen. Wenn man die Glucose-Konzentration der Probe nicht kennt, kann man diese ermitteln aus dem Verbrauch der Probelösung bei der Titration (inverse Titration). Das Reagenz zur quantitativen Zuckerbestimmung enthält Kaliumthiocyanat. Hier entsteht Kupfer(I) -Thiocyanat (CuSCN), welches als rein weißer Niederschlag ausfällt. Der Endpunkt ist hier besonders gut zu erkennen. Die Bestimmung erfordert Fingerspitzengefühl, sie muss erst einmal mit Glucose-Lösungen trainiert werden!

Untersuchung von Iod-Tinktur I (Betaisodana)

Iod-Tinktur ist eine alkoholische Iod-Lösung, welche auch Kaliumiodid enthält. Sie wurde früher als Wunddesinfektionsmittel verwendet. An dessen Stelle verwendet man heute das Povidon-Iod einen Komplex aus Iod und Polyvinylpyrrolidon. Dieser Komplex gibt das Iod langsam ab und wirkt nicht so stark hautreizend wie eine alkoholische Iod-Lösung. Povidon-

Iod hat eine Iod-Konzentration von 11 %. Diese lässt sich durch direkte Titration mit Natriumthiosulfat-Lösung ermitteln.

Untersuchung von Iod-Tinktur II (Spiritus Iodi concentratus) nach der Vorschrift des AB 2 – DDR

Konzentrierter Iod-Spiritus, fälschlich als „Iod-Tinktur“ bezeichnet, ist eine alkoholische Iod-Lösung, welche auch Kaliumiodid enthält (6,8 – 7,2 % Iod, 3,0 – 3,2 % Kaliumiodid). Sie wurde früher als Wunddesinfektionsmittel verwendet. Zur Qualitätskontrolle wird der Iod- und der Kaliumiodid-Gehalt ermittelt. Bei der Bestimmung des Iods mit Natriumthiosulfat wird dieses in Iodid überführt. Iodid wird über eine Fällungstitration (Argentometrie) bestimmt. Um die Konzentration des ursprünglich vorhandenen Kaliumiodids zu ermitteln, muss vom Silbernitrat-Verbrauch der Thiosulfat-Verbrauch abgezogen werden. Diese bewährte Vorschrift wurde in die Sammlung aufgenommen.

Kaliumpermanganat-Lösung 1 %

Kaliumpermanganat ist ein Desinfektionsmittel und wird bei verschiedenen Hautkrankheiten als Bad und für Umschläge eingesetzt. Früher wurde von Apotheken Kaliumpermanganat in kristalliner Form abgegeben, welches vor Gebrauch in Wasser gelöst wurde. Gelangt festes Kaliumpermanganat auf die Haut, kann dies zu Verätzungen führen. Deshalb wird heute in Apotheken nur noch die gebrauchsfertige Lösung abgegeben.

Kochsalz-Gehalt in Physiologischer Kochsalz-Lösung

Physiologische Kochsalzlösung enthält 9 g/l Natriumchlorid und besitzt somit eine Stoffmengenkonzentration von 0,154 mol/l. Sie wird auch zum Reinigen von Wunden und zur Inhalation verwendet und ist in Apotheken erhältlich. Sie wird auch als Aufbewahrungslösung für Kontaktlinsen eingesetzt (Alltagsbezug).

Kochsalz in Brühpulver und Suppenwürze

Brühpulver und Suppenwürze enthalten einen hohen Anteil Kochsalz. Die Probelösung ist besonders bei flüssiger Suppenwürze stark gefärbt. Hier ist ein intensives Schütteln mit gepulverter Aktivkohlen und anschließender Filtration erforderlich. Durch Inhaltsstoffe kann es insbesondere bei der Bestimmung nach Fajans zu Störungen kommen, erkennbar, dass kein Farbumschlag stattfindet. Dann wäre die Methode nach Volhard eine Alternative.

Kochsalz-Gehalt im Gurkenwasser

Kochsalz ist ein unverzichtbarer Bestandteil bei der Herstellung von Gewürzgurken. Kochsalz wirkt nicht nur als Konservierungsmittel sondern sorgt auch für einen ausgewogenen Geschmack. Da übermäßige Zufuhr von Natrium den Blutdruck erhöht, ist die Angabe des Salz—bzw. Natrium-Gehaltes auf der Verpackung angegeben. Multipliziert man den Natrium-Wert mit 2,5 erhält man den Kochsalz-Gehalt. Gurkenwasser enthält Essigsäure oder Milchsäure (Salzgurken). Da die Chlorid-Bestimmung nach Fajans nur in neutraler Lösung möglich ist, wird der Probe Natriumhydrogencarbonat zugesetzt.

Magnesium-Konzentration in 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.

Magnesium-Konzentration in Brausetabletten

Magnesium Brausetabletten enthalten 150 mg Magnesium pro Tablette. Zur Herstellung der Probelösung wird genau nach der Vorschrift Calcium in Brausetabletten verfahren.

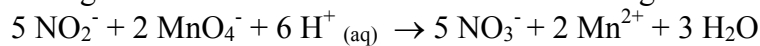
Natriumhydroxid im Abflussreiniger

Viele Abflussreiniger enthalten Natriumhydroxid, jedoch nicht alle. Daher bitte auf die Zusammensetzung achten. Äußerste Vorsicht bei der Entnahme aus der Verpackung und der Herstellung der Probelösung

Natriumnitrit im Pökelsalz

Pökelsalz enthält 0,4 - 0,5 % Natriumnitrit. Die Nitrit-Bestimmung wird als inverse Titration durchgeführt. Die Maßlösung wird vorgelegt, und die Probelösung befindet sich in der Bürette bzw. in der Tuberkulin-Spritze. Dieses ist aus folgendem Grunde notwendig: Nitrit ist in saurer Lösung nicht beständig, es entsteht salpetrige Säure. Diese ist äußerst flüchtig und entweicht. Die Nitrit-Bestimmung kann mit Kaliumpermanganat bzw. Cer(IV)-Sulfat erfolgen.

Bei der manganometrischen Bestimmung wird durch schwefelsaure Kaliumpermanganat - lösung Nitrit zum Nitrat oxidiert und das Permanganat zum zweiwertigen Mangan reduziert.



Nitrit-Ionen werden durch Cer(IV)-Sulfat in saurer Lösung zum Nitrat oxidiert.



Bei der manganometrischen Nitrit-Bestimmung werden Porzellengefäße zur Titration eingesetzt, da hier der Umschlag am besten erkennbar ist.

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.

Bestimmung der Konzentration an Schwefliger Säure im Wein mit den SulfoQuick[®]-Test nach Dr. Nilles

Der Traubensaft wird sofort nach der Gewinnung geschwefelt, das heißt mit Schwefeldioxid oder Sulfiten behandelt. Dadurch wird das Braunwerden der Moste, welche auf der Oxidation von Inhaltsstoffen beruht. Sulfit verhindern die Entwicklung von Kleinlebewesen wie Hefen, Schimmelpilze und Essigbakterien. Früher war es üblich, Schwefeldioxid durch Verbrennen von Schwefel zu gewinnen, heute verwendet man gasförmiges Schwefeldioxid, Schweflige Säure oder Kaliumhydrogensulfit. Schweflige Säure wirkt als Reduktionsmittel, indem er Sauerstoff bindet. Schwefeldioxid bildet mit dem im Wein vorhandenen Inhaltsstoffen mit Aldehyd-Struktur Anlagerungsverbindungen. Wenn der Gehalt an Aroma-Stoffen beispielsweise bei der Lagerung sinkt, wird Schweflige Säure wieder freigesetzt.

Schwefeldioxid kann bei Menschen gesundheitliche Probleme verursachen. Bei der Bestimmung der freien schwefligen Säure oxidiert Iod diese zu Schwefelsäure, während das Iod zum Iodid reduziert wird. Die Weinprobe wird mit Stärke und Schwefelsäure versetzt und es wird mit Iodat-Iodid-Lösung titriert. Durch Ansäuern entsteht Iod. Ist die schweflige Säure verbraucht, entsteht am Endpunkt freies Iod, welches mit Stärke einen Farbkomplex bildet.

Bei der Bestimmung der gesamten Schwefligen Säure wird die Weinprobe zunächst mit Natronlauge versetzt, dies bewirkt die die Spaltung der Anlagerungsverbindung.

Es wurden Höchstgehalte an gesamter Schwefligen Säure festgelegt.

Art des Weines	Restzucker < 5 g/l	Restzucker > 5 g/l
Weißwein, Rose´ -Wein	200 mg/l	250 – 400 mg/l
Rotwein	150 mg/l	200 – 400 mg/l
Perlwein	260 mg/l	260 mg/l
Schaumwein	235 mg/l	235 mg/l
Sekt	185 mg/l	185 mg/l

Wasserstoffperoxid-Lösung 3 %

Wasserstoffperoxid-Lösung 3 % ist ein häufig angewendetes Desinfektionsmittel. Es zersetzt sich schnell zu Wasser und Sauerstoff. Aus diesem Grunde werden Stabilisatoren zugesetzt, um die Haltbarkeit zu erhöhen. Durch eine maßanalytische Überprüfung kann der aktuelle Gehalt ermittelt werden. Es werden mehrere Methoden angegeben, so dass bei einer Kombination auch die Möglichkeit einer statistischen Auswertung gegeben ist.

Zinkpaste / Zinksalbe

Pasten sind Suspensionen, bei denen der Feststoffanteil so hoch ist, dass dieser sich nicht absetzen (sedimentieren) kann. Sie zeigen ein plastisches Verhalten. Pasten werden in der Regel äußerlich bei Hauterkrankungen aber auch in der Kosmetik eingesetzt. Zinkpaste besteht aus Zinkoxid, Weizenstärke und Vaseline. Vielen Hautcremes enthalten Zinkoxid.

Sollverbrauch an Maßlösungen

In der folgenden Übersicht sind die theoretisch berechneten Soll-Verbräuche an Maßlösung tabellarisch dargestellt. Sie sollen als Kontrolle bzw. Orientierung dienen, ob die ermittelten Messwerte plausibel sind

Analysenvorschrift	Sollverbrauch an Maßlösung
Modellexperiment zur Maßanalyse	0,5 ml 0,1 mol/l Salzsäure bzw. Natronlauge
Acetylsaliylsäure in Tabletten	0,56 ml 0,1 mol/l Natronlauge
Akkusäure, Gehaltsbestimmung	0,48 ml 0,1 mol/l Natronlauge
Aluminiumacetotartrat-Lösung	0,6 – 0,7ml 0,1 mol/(l Natronlauge (Gesamtsäure) 0,51 ml 0,1 mol/l EDTA-Lösung (Aluminium)
Ascorbinsäure-Gehalt in Brausetabletten	0,16 ml 0,0166 mol/l Kaliumiodat
Bullrichsalz in Tabletten	0,51 ml 0,1 mol/l Salzsäure
Calcium gegen verschiedene Indikatoren	0,50 ml 0,1 mol/l EDTA-Lösung
Calcium in Milchserum	0,42 ml 0,1 mol/l EDTA-Lösung
Calcium-Gehalt in Brausetabletten	0,78 ml 0,1 mol/l EDTA
Chlorbleichlauge, Gehaltsbestimmung	max. 0,8 ml 0,1 mol/l Natriumthiosulfat
Gesamtsäure (Speiseessig 5%)	0,83 ml 0,1 mol/l Natronlauge
Kaliumpermanganat-Lösung 1 %	0,63 ml 0,1 mol/l Natriumthiosulfat
Kochsalz in Physiologischer Kochsalz-Lösung	0,77 ml 0,1 mol/l Silbernitrat-Lösung (Fajans) 0,23 ml 0,1 mol/l Ammoniumthiocyanat (Volhard)
Magnesium- Gehalt in Brausetabletten	0,50 ml 0,1 mol/l EDTA
Magnesium - Bestimmung in Bittersalz	0,41 ml 0,1 mol/l EDTA
Natriumnitrit im Pökelsalz	0,80 ml Probelösung bei 0,25 ml 0,02 mol/l Kaliumpermanganat bzw. 0,1 mol/l Cer(IV)-Sulfat
Salmiakgeist (einfach), Gehaltsbestimmung	0,50 ml 0,1 mol/l Salzsäure
Wasserstoffperoxid 3 %, Gehaltsbestimmung	0,88 ml 0,1 mol/l Natriumthiosulfat 0,88 ml 0,1 mol/l Cer(IV)-Sulfat 0,88 ml 0,02 mol/l Kaliumpermanganat

Analysenvorschriften

Pipettier-Hilfe selbst gebaut

Zum Abmessen der Proben sind Mess - oder Vollpipetten zu 1, 2, 5 und 10 ml erforderlich. Eine einfache Ansaugvorrichtung lässt sich wie folgt herstellen:

erforderliche Hilfsmittel:

Voll - und / oder Mess-Pipetten, Gummischlauch (Innendurchmesser 4 - 6 mm), Einmalkanülen, Kombizange, Einmalspritzen entsprechend dem Pipetten-Volumen

Bauanleitung:

- Kanüle (Nadel) mit Kombizange fassen, Kanülen-Konus um 90 ° biegen und von der Nadel abdrehen
- Gummischlauch in 3 cm lange Stücke schneiden
- Kanülen-Ende in ein Schlauch-Ende schieben
- das andere Schlauchende auf die Ansaugöffnung der Pipette stecken

Wichtig ist, dass der Schlauch ganz straff sitzt!!!

- Einmalspritze (Nennvolumen = Pipetten-Volumen) auf den Kanülen-Konus aufsetzen
- Funktionsprüfung (Dichtigkeit!!!) mit Wasser

Modellexperiment zur Maßanalyse

erforderliche Hilfsmittel:

25 ml Erlenmeyer-Kolben, 2 Tuberkulin-Spritzen mit Insulinkanülen (Nr. 20), 0,1 mol/l Natronlauge, 0,1 mol/l Salzsäure
Universalindikator nach Mc. Crumb, modifiziert:

<u>pH - Wert</u>	<u>Farbe</u>
<4	rot
5	orange
6	gelb
7	grün
8	blaugrün
9	hellblau
10	kornblumenblau
11	tintenblau
12	blauviolett

Durchführung:

- in einen 25 ml Erlenmeyer-Kolben 10 ml Wasser vorlegen
 - 3 Tropfen Universalindikator zugeben
 - mit Tuberkulin-Spritze 0,50 ml 0,1 mol/l Natronlauge dosieren, Farbumschlag blau
 - bis zum Farbumschlag nach grün mit 0,1 mol/l Salzsäure titrieren
- sauer = rot, neutral = grün, alkalisch = blauviolett**

Hinweis:

Für dieses Experiment ist es wichtig, dass aus den Spritzen mit Insulin-Kanülen titriert wird. Die Tropfengröße bei gelben Eppendorf-Spitzen ist zu groß, so dass die Einstellung eines exakten Neutralpunktes (grüne Färbung) schwierig ist!

Gehaltsbestimmung von Akkusäure

erforderliche Hilfsmittel:

25 ml Erlenmeyer-Kolben, Tuberkulin-Spritzen, Maßkolben 100 ml, Pipette 1 ml
0,1 mol/l Natronlauge, Akkusäure, Indikatoren: Phenolphthalein-Lösung, Methylorange-Lösung, Cresolphthalein-Lösung, Thymolphthalein-Lösung, Mischindikator nach Tashiro, Sher und Cooper, Bromthymolblau-Lösung, Methylrot-Lösung

Durchführung:

Probelösung:

1 ml Akkusäure wird mit Wasser zu 100 ml im Maßkolben 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 Natronlauge titrieren

Indikator	Farbumschlag von	nach
Phenolphthalein	farblos →	pink
Cresolphthalein	farblos →	pink
Thymolphthalein	farblos →	blau
Methylorange	rot → zwiebel-farbig →	gelb
Mischindikator nach Tashiro	violett → grau (farblos) →	grün
Mischindikator nach Cooper	rot →	blau
Mischindikator nach Sher	orangerot →	tintenblau
Methylrot	rot →	gelb
Bromthymolblau	gelb → grün →	blau

Berechnung:

1 ml 0,1 mol/l Natronlauge entspricht 4,9 mg Schwefelsäure

Aluminium-Aceto-Tartrat-Lösung (Essigsäure Tonerde)

erforderliche Hilfsmittel:

25 ml Erlenmeyer-Kolben, Tuberkulin-Spritzen, Maßkolben 100 ml, Pipette 1 ml
Essigsäure Tonerde, Phenolphthalein-Lösung, 0,1 mol/l Natronlauge, Acetatpuffer,
0,1 mol/l EDTA, Xylenorange-Verreibung, 0,1 mol/l Zinksulfat-Lösung

Durchführung:

Probelösung:

10 ml Essigsäure Tonerde werden mit Wasser zu 100 ml im Maßkolben aufgefüllt.

Alkalimetrische Bestimmung der Gesantsäure:

Titration:

- in einen 25 ml Erlenmeyer-Kolben 10 ml Wasser vorlegen
- mit 3 Tropfen Indikator versetzen
- 0,50 ml Probelösung zugeben
- bis zum Farbumschlag mit 0,1 mol/l Natronlauge titrieren

Indikator	Farbumschlag von	nach
Phenolphthalein	farblos →	pink

Komplexometrische Bestimmung der Aluminium-Konzentration:

Titration:

- in einen 25 ml Erlenmeyer-Kolben 10 ml Wasser vorlegen
- 1,00 ml Probelösung zugeben
- mit 2 ml Acetat-Puffer und 1,00 ml 0,1 mol/l EDTA-Lösung versetzen
- 5 min zum Sieden erhitzen
- auf Raumtemperatur abkühlen
- eine Mikro-Spatel-Spitze Xylenolorange-Verreibung zugeben
- bis zum Farbumschlag von gelb nach rot-violett mit 0,1 mol/l Zinksulfat – Lösung titrieren

Berechnung:

1 ml 1 mol/l Natronlauge entspricht 2 mol/l Gesamtacidität

bei einem Probevolumen von 0,5 ml

1 ml 0,1 mol/l EDTA-Lösung entspricht 2,689 mg Aluminium

Bestimmung des Acetylsalicylsäure-Gehaltes in ASS - Tabletten

erforderliche Hilfsmittel:

25 ml Erlenmeyer-Kolben, Tuberkulin-Spritze, Maßkolben 250 ml, Pipette 5 ml

ASS - Tabletten 500 mg, 0,1 mol/l Natronlauge, Phenolphthalein-Lösung

Durchführung:

Probelösung:

Eine ASS – Tablette in der Reibschale pulverisieren, quantitativ mit wenig Wasser in einen 250 ml Maßkolben überführen, der 25 ml Ethanol (Brennspiritus) enthält. Es wird kräftig geschüttelt und danach mit Wasser zu 250 ml aufgefüllt. ASS löst sich schwer im Wasser, deshalb bitte den Kolben mindestens 1 Stunde stehen lassen zur Auflösung.

Titration:

- in einen 25 ml Erlenmeyer-Kolben 5 ml Wasser vorlegen
- mit 3 Tropfen Indikator versetzen
- 5,00 ml Probelösung zugeben
- bis zum Farbumschlag nach pink mit 0,1 mol/l Natronlauge titrieren

Berechnung:

1 ml 0,1 mol/l Natronlauge entspricht 18 mg Acetylsalicylsäure

Bestimmung des Ascorbinsäure-Gehaltes 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

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

Bestimmung von Calcium gegen verschiedene Indikatoren

erforderliche Hilfsmittel:

25 ml Erlenmeyer-Kolben, Tuberkulin-Spritzen
0,1 mol/l Calciumchlorid-Lösung, 0,1 mol/l EDTA-Lösung, 1 mol/l Natronlauge, Calconcarbonsäure-Verreibung, Fluorexon-Verreibung, Murexid-Verreibung

Durchführung:

Titration:

- in einen 25 ml Erlenmeyer-Kolben 10 ml Wasser vorlegen
- 0,50 ml Calciumchlorid-Lösung zugeben
- mit 10 Tropfen Natronlauge und einer Mikro-Spatel-Spitze Indikator versetzen
- bis zum Farbumschlag mit 0,1 mol/l EDTA-Lösung titrieren

Indikator

Calconcarbonsäure
Fluorexon
Murexid

Farbumschlag

rotviolett - tintenblau
gelbgrün fluoreszierend - orange, nicht fluoreszierend
rotviolett – blauviolett

Indikator der Wahl ist Calconcarbonsäure. Die Erkennung des Umschlagpunktes bei Murexid erfordert Erfahrung. Es sollte gegen eine Vergleichslösung titriert werden.

Berechnung:

1 ml 0,1 mol/l EDTA = 4,008 mg Ca

Calcium-Gehalt 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

Calciumcarbonat-Bestimmung in Eierschalen**erforderliche Hilfsmittel:**

Reibschale mit Pistill, 25 ml Erlenmeyer-Kolben, Vollpipette 50 ml, Becherglas 250 ml, Maßkolben 250 ml, Mischindikator nach Cooper, Salzsäure 1 mol/l, Natronlauge, 0,1 mol/l

Durchführung:**Probelösung:**

Eierschalen in der Reibschale zu Pulver verreiben, ca. 2 g (genaue Einwaage auf Analysenwaage) in das Becherglas einwiegen, 50,00 ml 1 mol/l Salzsäure zugeben bis zur Beendigung der Gasentwicklung stehen lassen, zum Sieden erhitzen und 5 min im Sieden halten, danach mit Wasser zu 250 ml im Maßkolben auffüllen

Titration:

- in einen 25 ml Erlenmeyer-Kolben 10 ml Wasser vorlegen
- 2,00 ml Probelösung zugeben
- mit 3 Tropfen Mischindikator nach Cooper versetzen
- bis zum Farbumschlag nach rot nach blau mit 0,1 mol/l Natronlauge titrieren
- Alternative: Methylorange Farbumschlag von rot nach orangegelb

Berechnung:

1 ml 0,1 mol/l Salzsäure entspricht 5 mg Kalziumkarbonat
% Kalziumkarbonat = Verbrauch Salzsäure- Natronlauge * ÄF*100/ Einwaage

Calcium-Gehalt im Milchserum**erforderliche Hilfsmittel:**

25 ml Erlenmeyer-Kolben, Tuberkulin-Spritzen, Maßkolben 100 ml, Pipette 2 ml, Becherglas 250 ml, Trichter, Filter, Milch, Essigsäure 10 %, 1 mol/l Natronlauge, Calconcarbonsäure-Verreibung, Indikator-Puffer-Tabletten, Ammoniak-Lösung 10 %, 0,1 mol/l EDTA-Lösung

Durchführung:**Probelösung:**

50 ml Milch werden mit 10 ml Essigsäure unter Umschütteln versetzt und aufgekocht. Nach dem Abkühlen wird in einen 100 ml Maßkolben filtriert und mit destilliertem Wasser aufgefüllt.

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/l EDTA-Lösung titrieren

Berechnung:

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

Calcium-Bestimmung im Wasser

erforderliche Hilfsmittel:

25 ml Erlenmeyer-Kolben, Tuberkulin-Spritze, 10 ml Injektionsspritze, Wasserproben, 1 mol/l Natronlauge, Calconcarbonsäure-Verreibung, 0,0178 mol/l EDTA – Lösung

Durchführung:

Titration gegen Calconcarbonsäure bei pH 13

- in einen 25 ml Erlenmeyer-Kolben 10 ml Wasser-Probe vorlegen
- mit 10 Tropfen Natronlauge und einer Mikrospatel-Spitze Calconcarbonsäure-Verreibung versetzen, gut mischen
- bis zum Farbumschlag nach rotviolett nach tintenblau mit 0,0178 mol/l EDTA-Lösung titrieren

Berechnung:

1 ml 0,0178 mol/l EDTA = 71,2 mg/l Calcium bei einem Probenvolumen von 10 ml

Essigsäure im Gurkenwasser

erforderliche Hilfsmittel:

25 ml Erlenmeyer-Kolben, Tuberkulin-Spritzen
Gurkenwasser, 0,1 mol/l Natronlauge,
Phenolphthalein-Lösung, besser Thymolphthalein- oder Cresolphthalein-Lösung

Durchführung:

Titration:

- in einen 25 ml Erlenmeyer-Kolben 10 ml Wasser vorlegen
- mit 3 Tropfen Indikator versetzen
- 0,50 ml Probelösung zugeben
- bis zum Farbumschlag mit 0,1 mol/l Natronlauge titrieren

Indikator	sauer	Umschlagspunkt	basisch
Phenolphthalein	farblos	helles rosa	pink
Thymolphthalein	farblos	helles blau	tintenblau
Cresolphthalein	farblos	helles rot-violett	rot-violett

Berechnung:

1 ml 0,1 mol/l Natronlauge = 6,0 mg Essigsäure

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

Gesamthärte - Bestimmung

erforderliche Hilfsmittel:

25 ml Erlenmeyer-Kolben, Tuberkulin-Spritzen, 10 ml Injektionsspritzen
Wasserproben, 5 %ige Ammoniak- Lösung, Indikator- Puffer-Tabletten
1 mol/l Natronlauge, Calconcarbonsäure-Verreibung, 0,0178 mol/l EDTA – Lösung

Durchführung:

Titration gegen Indikator-Puffer-Tabletten bei pH 10

- in einen 25 ml Erlenmeyer-Kolben 10 ml Wasser-Probe vorlegen
- 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:

1ml 0,0178 mol/l EDTA = 10 ° dH bei einem Probevolumen von 10 ml = 100 mg/l CaO
Magnesium = Verbrauch an EDTA (Gesamthärte) - Verbrauch an EDTA (Calcium)
1 ml 0,0178 mol/l EDTA = 43 mg/l Mg

Bestimmung der Gesamtsäure - Konzentration (klassisch)

erforderliche Hilfsmittel:

25 ml Erlenmeyer-Kolben, Tuberkulin-Spritzen, Messpipetten 5 ml
0,1 mol/l Natronlauge, Cresolphthalein-Lösung, notfalls Phenolphthalein-Lösung,
Thynolphthalein-Lösung, alternativ Bromthymolblau-Lösung

geeignete Proben:

Aufguss-Flüssigkeiten von Essiggurken und anderen essigsauren Konserven, Lake von Sauerkraut und Salz-Dill-Gurken, Apfelsaft, Orangensaft, Weißwein, Zitronensaft

Durchführung:

Probelösung bei Zitronensaft!

10,00 ml Zitronensaft werden mit Wasser im Maßkolben zu 100 ml aufgefüllt
alle anderen Proben unverdünnt einsetzen

Probelösung bei Essig!

10,00 ml Essig (5 %) oder 5,00 ml Essig (10 %) werden mit Wasser im Maßkolben zu 100 ml aufgefüllt, alle anderen Proben unverdünnt einsetzen

Titration:

- in einen 25 ml Erlenmeyer-Kolben 10 ml Wasser vorlegen
- 0,50 ml Probelösung, bei Essig 1,00 ml zugeben
- mit 3 Tropfen Indikator versetzen
- bis zum Farbumschlag mit 0,1 mol/l Natronlauge titrieren

Indikator	Farbumschlag von	nach
Phenolphthalein	farblos →	pink
Cresolphthalein	farblos →	pink
Thymolphthalein	farblos →	blau
Bromthymolblau	gelb → grün →	blau

Berechnung:

1 ml 0,1 mol/l Natronlauge entspricht:

7,0 mg Zitronensäure, 9,0 mg Milchsäure, 6,0 mg Essigsäure, 7,5 mg Weinsäure

Weinsäure im Wein nach den „Blaulauge-Verfahren“

erforderliche Hilfsmittel:

25 ml Erlenmeyer-Kolben, Tuberkulin-Spritze, 5 ml Meßpipette oder Injektionsspritze
Weinprobe, Blaulauge 0,33 mol/l und 0,133 mol/l

Durchführung:

Titration mit 0,33 mol/l Blaulauge und 2,5 ml Probevolumen:

- in einen 25 ml Erlenmeyer-Kolben 10 ml Wasser vorlegen
- 2,50 ml Probelösung zugeben
- bis zum Farbumschlag von gelb über grün nach blau mit 0,33 mol/l Blaulauge titrieren

Titration mit 0,133 mol/l Blaulauge und 10 ml Probevolumen:

- in einen 25 ml Erlenmeyer-Kolben 10 ml Wein vorlegen
- bis zum Farbumschlag von gelb über grün nach blau mit 0,133 mol/l Natronlauge titrieren

Berechnung:

0,1 ml Blaulauge entspricht 1 g/l Weinsäure

Bestimmung der Gesamtsäure-Konzentration im Wein mit den AciQuick[®]-Test nach Dr. Nilles

erforderliche Hilfsmittel:

AciQuick Test nach Dr. Nilles (Testbesteck zur Bestimmung der Gesamtsäure in Rotwein und Weißwein) Bezug über Labor Dr. Nilles (labor_dr.nilles@t-online.de Erlenmeyer-Kolben oder Maßkolben 500 ml, Messzylinder 50 ml, Rotwein, Weißwein

Durchführung:

Probelösung:

50 ml Rotwein oder Weißwein werden in den großen Kolben gegeben und es wird einige Minuten kräftig geschüttelt um das gelöste Kohlendioxid auszutreiben

Titration von Weißwein:

- Prüfröhrchen mit dem zu untersuchenden Wein mehrmals ausspülen und bis zur Ringmarke (5 ml) einfüllen
- 2 Tropfen Indikator –Lösung „Aci-blanc“ zugeben

- aus Titrierspritze solange Titrationslösung unter Umschütteln zugeben, bis ein Farbumschlag von gelb blaviolett schlagartig erfolgt
- Gesamtsäure-Konzentration in g/L Weinsäure an den Spritze ablesen

Titration von Rotwein:

- Prüfröhrchen mit dem zu untersuchenden Wein mehrmals ausspülen und bis zur Ringmarke (5 ml) einfüllen
- einen gehäuften Löffel Aufhellreagenz zugeben
- Probegefäß verschließen und kräftig schütteln
- 2 Tropfen Indikator –Lösung „Aci-rouge“ zugeben
- aus Titrierspritze solange Titrationslösung unter Umschütteln zugeben, bis ein Farbumschlag nach stahlblau schlagartig erfolgt
- Gesamtsäure-Konzentration in g/l Weinsäure an den Spritze ablesen

Glucose-Bestimmung in Dextropur-Tabletten

erforderliche Hilfsmittel:

50 ml Pulverflaschen farblos oder 25 ml Erlenmeyer-Kolben mit Glasstopfen, Tuberkulin-Spritzen, Maßkolben 250 ml, Pipette 10 ml, Traubenzucker-Tabletten, 0,05 mol/l Iodat-Iodid-Lösung Natriumcarbonat-Lösung 0,5 mol/l, Schwefelsäure 25 %, Zinkiodid-Stärke-Lösung oder Stärke-Lösung 0,1 mol/l Natriumthiosulfat-Lösung

Durchführung:

Probelösung:

1,5g Traubenzucker-Tablette wird in Wasser gelöst und zu 250 ml im Maßkolben aufgefüllt.

Titration:

- in eine 50 ml Pulverflasche oder Erlenmeyer-Kolben 10 ml Wasser vorlegen
- 1,00 ml Iodat-Iodid-Lösung und 2 Tropfen Schwefelsäure zugeben, Lösung wird braun
- mit 4 ml Natriumcarbonat-Lösung und 1,00 ml Probelösung versetzen, Farbumschlag nach hellgelb
- Flasche mit Stopfen verschließen, 10 min lichtgeschützt aufbewahren, Ansatz fast farblos
- danach tropfenweise (!) Schwefelsäure zugeben, bis die Gasentwicklung abgeklungen ist und sauer reagiert, Kontrolle mit Indikator-Papier, Farbumschlag nach dunkelbraun
- 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 0,05 mol/l Iodat-Iodid-Lösung entspricht 9,008 mg Glucose

Halbquantitative Bestimmung von Glucose mit Benedict-Reagenz

erforderliche Hilfsmittel:

Reagenzgläser, Messpipette, siedendes Wasserbad, Benedict-Reagenz, Glucose-Lösungen
Konzentration in g/l: 1,0, ; 5,0, ; 10,0: 15,0: 20,0:

Durchführung:

0,2 ml Wasser bzw. Glucose-Lösungen der angegebenen Konzentration werden im Reagenzglas mit 2,5 ml Benedict-Reagenz versetzt und für 5 Minuten in ein siedendes Wasserbad gestellt.

Beobachtung:

Es entstehen unterschiedliche Färbungen

Glucose-Konzentration in g/l

0
1,0
5,0
10,0
15,0
20,0

Veränderung im Reagenzglas

klare blaue Lösung, keine Veränderung
grüne Färbung der Lösung, kein Niederschlag
Niederschlag, grün
Niederschlag, olivgrün
Niederschlag, orangefarben
Niederschlag, rot

Hinweise:

Zur Untersuchung von Lebensmitteln sind diese so zu verdünnen, dass die Konzentration zwischen 5 und 15 g/l liegt. Benedict Reagenz reagiert nur mit Glucose und Fructose, nicht mit Saccharose. Um den Gesamtzucker-Gehalt zu ermitteln, muss die Probe invertiert werden. Dazu werden 10 ml Probe mit 1 ml Salzsäure (10 %) 5 min gekocht und anschließend mit Natriumcarbonat bis zur basischen Reaktion versetzt. (Kontrolle mit Indikatorpapier). Nach der Inversion sollte die Probe gleich untersucht werden

Glucose- Bestimmung mittels Halbmikrotitration

***Das Erwärmen muss über der Brennerflamme erfolgen, siedendes Wasserbad reicht nicht!
Nach jeder Zugabe von Glucose-Lösung muss aufgeköcht werden!***

Geräte und Chemikalien:

Reagenzgläser, Glucose-Lösungen der Konzentration: 10 %; 5 %; 2,5 : 1,0 ; 0,5%,
Benedict Reagenz zur quantitativen Zuckerbestimmung = „Glycurator-Reagenz“

Durchführung:

In Reagenzgläser werden pipettiert:

- 2,5 ml Benedict - Reagenz zur quantitativen Zuckerbestimmung
- es empfiehlt sich dringend eine Glasperle als Siedesteinchen zur Vermeidung eines Siedeverzuges zuzugeben**
- Lösung zum Sieden erhitzen
 - aus einer Tuberkulin-Spritze tropfenweise Glucose-Lösung zugeben
 - Lösung erneut zum Sieden erhitzen
 - aus einer Tuberkulin-Spritze tropfenweise Glucose-Lösung zugeben
 - nach jedem Glucose-Zusatz zum Sieden erhitzen
 - bis zum Verschwinden der Blaufärbung bzw. Farbumschlag nach gelblich titrieren

Beobachtung:

Die blaue Lösung entfärbt sich, es entsteht ein weißer Niederschlag.

Auswertung:

Verbrauch an Probelösung	Glucose-Konzentration in %
0,05	20
0,10	10
0,15	6,6
0,20	5,0
0,25	4,0
0,30	3,3
0,35	2,8
0,40	2,5
0,45	2,2
0,50	2,0
0,55	1,8
0,60	1,7
0,65	1,5
0,70	1,4
0,75	1,3
0,80	1,25
0,85	1,20
0,90	1,1
1,00	1,0
1,15	0,9
1,25	0,8
1,50	0,67
2,00	0,5
2,50	0,4

Werden weniger als 0,25 ml Probelösung verbraucht, werden 2 ml Probe mit Wasser zu 10 ml aufgefüllt. Es wird erneut gemessen und der ermittelte Wert mit 5 multipliziert.

Lebensmittelproben werden so verdünnt, dass mindestens 0,4 ml Probelösung erforderlich sind. Wichtig ist, alle Lebensmittelproben zu invertieren, da nur Glucose und Fructose, nicht aber Saccharose erfasst werden. Es sei dann, dass diese größere Mengen Säuren enthalten.

Aufarbeitung von Tomatenketchup:

10 g Tomatenketchup werden in einen 100 ml Maßkolben eingewogen und mit Wasser zu 100 ml aufgefüllt. Von dieser Lösung werden 20 ml in einen weiteren 100 ml Maßkolben pipettiert, mit 5 ml Carrez-Reagenz I versetzt und gut gemischt. Nach Zugabe von 50 ml Wasser und 5 ml Carrez –Reagenz II wird gut gemischt und mit Wasser aufgefüllt. Der Inhalt des Maßkolbens ist zu filtrieren.

Das Filtrat ist zu invertieren, indem 20 ml Filtrat zunächst mit 5 ml Salzsäure (37 %) 5 Minuten aufgekocht werden. Danach wird der Ansatz mit 1 mol/l Natronlauge auf pH 9 gebracht (Kontrolle mit Universalindikator-Papier) und auf 100 ml im Maßkolben aufgefüllt werden. Die Verdünnung ist zu berücksichtigen. Die invertierte Lösung muss nach dem Zusatz von Lauge sofort (innerhalb 30 min) untersucht werden!

Untersuchung von Iod-Tinktur I (Betaisodana)

erforderliche Hilfsmittel:

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

Povidon-Iod-Lösung z. B. *Betaisodana*® (10 % PVP-Iod = 1 % verfügbares Iod)

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

Durchführung:**Probelösung:**

PVP-Iod-Lösung wird unverdünnt eingesetzt

Titration:

- in einen 25 ml Erlenmeyer-Kolben 10 ml Wasser vorlegen
- 1,00 ml Probelösung zugeben
- 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 12,7 mg Iod

Iod-Spiritus (Spiritus Iodi concentratus, Rezeptur nach AB 2-DDR)**erforderliche Hilfsmittel:**

25 ml Erlenmeyer-Kolben, Tuberkulin-Spritzen, Maßkolben 100 ml, Pipette 5 ml, Zinkiodid-Stärke-Lösung, 0,1 mol/l Natriumthiosulfat-Lösung, Eosin-Lösung (1 %), Essigsäure 5 mol/l, 0,1 mol/l Silbernitrat-Lösung,

Durchführung:**Probelösung:**

2,5 ml Iod-Tinktur werden mit Wasser im Maßkolben auf 100 ml aufgefüllt.

Bestimmung des Gehaltes an freiem Iod mit Natriumthiosulfat**Titration:**

- in einen 25 ml Erlenmeyer-Kolben 10 ml Wasser vorlegen
- 5,00 ml Probelösung zugeben
- 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 12,7 mg Iod

Iodid-Bestimmung nach Fajans in der austitrierten Lösung**Titration:**

- in die austitrierte Lösung 10 Tropfen Essigsäure und 1 Tropfen Eosin-Lösung geben
- die entstehende orange fluoreszierende Lösung wird mit 0,1 mol/l Silbernitrat-Lösung bis zum Farbumschlag nach rosa, nicht fluoreszierend, titriert.

Berechnung:

% Kaliumiodid = $1,66 \times (\text{Verbrauch Silbernitrat} - \text{Verbrauch Natriumthiosulfat}) \text{ :/ Einwaage}$

Kaliumpermanganat-Lösung 1 %**erforderliche Hilfsmittel:**

50 ml Pulverflaschen farblos oder 25 ml Erlenmeyer-Kolben mit Glasstopfen, Tuberkulin-Spritzen, Maßkolben 100 ml, Pipette 2 und 10 ml

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

Durchführung:

Probelösung:

10 ml Kaliumpermanganat-Lösung werden mit Wasser zu 100 ml im Maßkolben aufgefüllt.

Titration:

- in eine 50 ml Pulverflasche oder Erlenmeyer-Kolben 10 ml Wasser vorlegen
- 2,000 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 3,16 mg Kaliumpermanganat

Kochsalz in Physiologischer Kochsalz-Lösung

erforderliche Hilfsmittel:

25 ml Erlenmeyer-Kolben, 25 ml Pulverflaschen farblos mit Stopfen oder Duran-Laborflaschen mit Schraubverschluss, Tuberkulin-Spritzen, Trichter mit Filter
Physiologische Kochsalz-Lösung, 0,2 %ige Fluorescein-Lösung (0,2 %),
0,1 mol/l Silbernitrat-Lösung, Propanol, Eisenalaun-Lösung,
0,1 mol/l Ammoniumthiocyanat-Lösung

Durchführung:

Verfahren nach Fajans

Titration:

- in einen 25 ml Erlenmeyer-Kolben 10 ml Wasser vorlegen
- 0,50 ml Physiologische Kochsalz-Lösung zugeben
- mit 2 Tropfen Fluorescein-Lösung versetzen
- entstehende gelbgrün fluoreszierende Lösung wird mit 0,1 mol/l Silbernitrat-Lösung bis zum Verschwinden der Fluoreszenz, bzw. dem Farbumschlag nach rosa titrieren

Berechnung:

1 ml 0,1 mol/l Silbernitrat entspricht 5,85 mg Natriumchlorid

Verfahren nach Volhard

Titration:

- in eine Pulverflasche oder Erlenmeyer-Kolben 10 ml Wasser vorlegen
- 0,50 ml Physiologische Kochsalz-Lösung zugeben
- mit 20 Tropfen Propanol und 1,00 ml Silbernitrat-Lösung versetzen
- Flasche mit Stopfen verschließen und kräftig schütteln, so dass der Niederschlag zusammen ballt
- anschließend filtrieren

- zum Filtrat 3 Tropfen Eisenalaun-Lösung geben
- bis zum Farbumschlag nach orange mit 0,1 mol/l Ammoniumthiocyanat – Lösung titrieren

Berechnung:

1 ml 0,1 mol/l AgNO₃ entspricht 5,85 mg Natriumchlorid
 Verbrauch Natriumchlorid⁻ = 1,00 - Verbrauch Ammoniumthiocyanat

Kochsalz in Brühpulver und Suppenwürze

erforderliche Hilfsmittel:

25 ml Erlenmeyer-Kolben, 25 ml Pulverflaschen farblos mit Stopfen oder Duran-Laborflaschen mit Schraubverschluss, Tuberkulin-Spritzen, Trichter mit Filter, Maßkolben 100 ml, Pipette 2 ml, 2 Erlenmeyer-Kolben 300 ml mit Stopfen, Trichter und Filter, Flüssige Suppenwürze, Aktivkohlepulver, 0,2 %ige Fluorescein-Lösung (0,2 %), 0,1 mol/l Silbernitrat-Lösung, Propanol, Eisenalaun-Lösung, 0,1 mol/l Ammoniumthiocyanat-Lösung

Durchführung:

Probelösung:

2 ml flüssige Suppenwürze oder 2 g Brühpulver werden mit Wasser zu 100 ml im Maßkolben aufgefüllt. Der Inhalt des Maßkolbens wird in den großen Erlenmeyer-Kolben gegeben, mit einem Spatel-Löffel Aktivkohlepulver versetzt, kräftig durchgeschüttelt und filtriert.

Verfahren nach Fajans

Titration:

- in einen 25 ml Erlenmeyer-Kolben 10 ml Wasser vorlegen
- 2,00 ml Probelösung zugeben
- mit 2 Tropfen Fluorescein-Lösung versetzen
- entstehende gelbgrün fluoreszierende Lösung wird mit 0,1 mol/l Silbernitrat-Lösung bis zum Verschwinden der Fluoreszenz, bzw. dem Farbumschlag nach rosa titrieren

Berechnung:

1 ml 0,1 mol/l Silbernitrat entspricht 5,85 mg Natriumchlorid

Verfahren nach Volhard

Titration:

- in eine Pulverflasche oder Erlenmeyer-Kolben 10 ml Wasser vorlegen
- 2,00 ml Physiologische Kochsalz-Lösung zugeben
- mit 20 Tropfen Propanol und 1,00 ml Silbernitrat-Lösung versetzen
- Flasche mit Stopfen verschließen und kräftig schütteln, so dass der Niederschlag zusammen ballt
- anschließend filtrieren
- zum Filtrat 3 Tropfen Eisenalaun-Lösung geben
- bis zum Farbumschlag nach orange mit 0,1 mol/l Ammoniumthiocyanat – Lösung titrieren

Berechnung:

1 ml 0,1 mol/l AgNO₃ entspricht 5,85 mg Natriumchlorid
 Verbrauch Natriumchlorid⁻ = 1,00 - Verbrauch Ammoniumthiocyanat

Kochsalz im Gurkenwasser

erforderliche Hilfsmittel:

25 ml Erlenmeyer-Kolben, 25 ml Pulverflaschen farblos mit Stopfen oder Duran-Laborflaschen mit Schraubverschluss, Tuberkulin-Spritzen, Trichter mit Filter, Maßkolben 100 ml, Pipette 10 ml

Gurkenwasser, Natriumhydrogencarbonat, 0,2 %ige Fluorescein-Lösung (0,2 %), 0,1 mol/l Silbernitrat-Lösung, Propanol, Eisenalaun-Lösung, 0,1 mol/l Ammoniumthiocyanat-Lösung

Durchführung:

Probelösung:

2,5 ml Gurkenwasser werden mit einer reichlichen Spatel-Spitze Natriumhydrogencarbonat versetzt. Nach dem Abklingen der Gasentwicklung wird mit Wasser verdünnt und auf 100 ml im Maßkolben aufgefüllt.

Verfahren nach Fajans

Titration:

- in einen 25 ml Erlenmeyer-Kolben 10 ml Probelösung vorlegen
- mit 2 Tropfen Fluorescein-Lösung versetzen
- entstehende gelbgrün fluoreszierende Lösung wird mit 0,1 mol/l Silbernitrat-Lösung bis zum Verschwinden der Fluoreszenz, bzw. dem Farbumschlag nach rosa titrieren

Berechnung:

1 ml 0,1 mol/l Silbernitrat entspricht 5,85 mg Natriumchlorid

Verfahren nach Volhard

Titration:

- in eine Pulverflasche oder Erlenmeyer-Kolben 10 ml Probelösung vorlegen
- mit 20 Tropfen Propanol und 1,00 ml Silbernitrat-Lösung versetzen
- Flasche mit Stopfen verschließen und kräftig schütteln, so dass der Niederschlag zusammen ballt
- anschließend filtrieren
- 3 zum Filtrat 3 Tropfen Eisenalaun-Lösung geben
- bis zum Farbumschlag nach orange mit 0,1 mol/l Ammoniumthiocyanat – Lösung titrieren

Berechnung:

1 ml 0,1 mol/l AgNO_3 entspricht 5,85 mg Natriumchlorid

Verbrauch Natriumchlorid = 1,00 - Verbrauch Ammoniumthiocyanat

Magnesiumbestimmung 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

Magnesiumbestimmung 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

Natriumhydroxid im Abflussreiniger

erforderliche Hilfsmittel:

25 ml Erlenmeyer-Kolben, Tuberkulin-Spritzen, Maßkolben 100 ml, Pipette 2 ml Abflussreiniger auf Natriumhydroxid-Basis, 0,1 mol/l Salzsäure, Phenolphthalein-Lösung

Durchführung:

Probelösung:

4 g Abflussreiniger in destilliertem Wasser lösen und nach Auflösung im Maßkolben zu 100 ml auffüllen.

Titration:

- in einen 25 ml Erlenmeyer-Kolben 10 ml Wasser vorlegen
- mit 3 Tropfen Indikator versetzen
- 1,00 ml Probelösung zugeben
- bis zur Entfärbung mit 0,1 mol/l Salzsäure titrieren

Berechnung:

1 ml 0,1 mol/l Salzsäure entspricht 4,00 mg Natriumhydroxid

Natriumnitrit im Pökelsalz, manganometrische und cerimetrische Gehaltsbestimmung**erforderliche Hilfsmittel:**

Tuberkulin-Spritzen, 25 ml Erlenmeyer-Kolben, Maßkolben 50 ml, Porzellanschalen (d = 7 cm) oder Porzellantiegel, Glas-Stab, Nitrit-Pökelsalz

Manganometrie:

Schwefelsäure 25 %, 0,02 mol/l Kaliumpermanganat-Lösung

Cerimetrie:

0,1 mol/l Cer(IV)-Sulfat-Lösung, 0,01 mol/l Ferroin-Lösung, Schwefelsäure 25 %

Durchführung:**Probelösung:**

12,5 g Nitrit-Pökelsalz werden in wenig Wasser gelöst und im Maßkolben zu 50 ml aufgefüllt

Titration:**Manganometrie:****Titration:**

- in der Porzellanschale 10 ml Wasser, 10 Tropfen Schwefelsäure und 0,25 ml Kaliumpermanganat-Lösung vorlegen
- Probelösung in die Tuberkulin-Spritze einfüllen
- aus der Tuberkulin-Spritze die Probelösung in die angesäuerte Kaliumpermanganat-Lösung unter Umrühren mit einem Glas-Stab bis zur Entfärbung zugeben

Cerimetrie:**Titration:**

- in einen 25 ml Erlenmeyer-Kolben 10 ml Wasser, 20 Tropfen Schwefelsäure, 0,25 ml Cer (IV)-Sulfat-Lösung und 2 Tropfen Ferroin-Lösung vorlegen
- Probelösung in die Tuberkulin-Spritze einfüllen
- aus der Tuberkulin-Spritze die Probelösung in die angesäuerte Cer(IV)-Sulfat-Lösung bis zum Farbumschlag von hellblau nach rot zugeben

Berechnung:

1 ml 0,02 mol/l Kaliumpermanganat bzw. 0,1 mol/l Cer(IV)-Sulfat entsprechen 3,45 mg Natriumnitrit

0,25 ml 0,02 mol/l Kaliumpermanganat bzw. 0,1 mol/l Cer(IV)-Sulfat entsprechen 0,8625 mg Natriumnitrit

Der Verbrauch der Probelösung entspricht 0,8625 mg Natriumnitrit, oder anders gesagt in der Probelösung sind 0,825 mg Natriumnitrit gelöst.

Beispiel: Verbrauch an Probelösung bis zum Farbumschlag 0,8 ml

in 0,8 ml Probelösung sind 0,8625 mg Natriumnitrit

in 1,0 ml Probelösung sind x mg Natriumnitrit

$$x = 0,8625 \times 1,0 / 0,8$$

$$x = 1,078 \text{ mg Natriumnitrit}$$

in 1,0 ml Probelösung sind 1,078 mg Natriumnitrit, in 50 ml Probelösung sind 53,9 mg

in 12,5 g Pökelsalz sind 53,9 mg Natriumnitrit

in 100 g Pökelsalz sind 431 mg Natriumnitrit, dies entspricht einer Konzentration von 0,43%

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

Bestimmung der Konzentration an Schwefliger Säure im Wein mit den SulfoQuick[®]-Test nach Dr. Nilles

erforderliche Hilfsmittel:

SulfoQuick[®]- Test nach Dr. Nilles (Testbesteck zur Bestimmung der Gesamtsäure in Rotwein und Weißwein) Bezug über Labor Dr. Nilles (labor_dr.nilles@t-online.de)

Rotwein, Weißwein

Bestimmung der freien Schwefligen Säure

Durchführung:

Titration von Weißwein:

- Prüfröhrchen mit dem zu untersuchenden Wein mehrmals ausspülen und bis zur Ringmarke (5 ml) einfüllen
- 2 Tropfen Reagenz I (Stärke-Lösung) zugeben und umschwenken
- 2 Tropfen Reagenz II (Schwefelsäure) zugeben und umschwenken
- aus Titrierspritze solange Titrationslösung (Reagenz III =Iodat-Iodid-Lösung) unter Umschütteln zugeben, bis ein Farbumschlag nach blauviolett erfolgt, der mindestens 10 Sekunden bestehen bleibt
- Verbrauch an Titrationslösung an der Spritze ablesen und Wert mit 10 multiplizieren, entspricht der Konzentration an freier Schwefliger Säure in mg/l

Titration von Rotwein:

- 2 Prüfröhrchen mit dem zu untersuchenden Wein mehrmals ausspülen und bis zur Ringmarke (5 ml) einfüllen

- beide Röhrrchen dicht nebeneinander auf eine weiße Papierunterlage stellen, oder vor eine Leselampe stellen
- 2 Tropfen Reagenz I (Stärke-Lösung) in beide Röhrrchen geben und umschwenken
- 2 Tropfen Reagenz II (Schwefelsäure) in beide Röhrrchen geben und umschwenken
- aus Titrierspritze solange Titrationslösung (Reagenz III =Iodat-Iodid-Lösung) nur in das rechte Röhrrchen unter Umschütteln zugeben, bis die Farbe im Vergleich zum linken Röhrrchen schlagartig zu einem dunkleren Rot erfolgt, die Farbvertiefung sollte mindestens 10 Sekunden bestehen bleiben
- Verbrauch an Titrationslösung an der Spritze ablesen und Wert mit 10 multiplizieren, entspricht der Konzentration an freier Schwefliger Säure in mg/l

Bestimmung der gesamten Schwefligen Säure

Durchführung:

Titration von Weißwein:

- Prüfröhrrchen mit dem zu untersuchenden Wein mehrmals ausspülen und bis zur Ringmarke (5 ml) einfüllen
- 5 Tropfen Reagenz IV (Natronlauge) zugeben und umschwenken, Farbumschlag nach gelb, 5 Minuten stehen lassen
- 2 Tropfen Reagenz I (Stärke-Lösung) zugeben und umschwenken
- 8 Tropfen Reagenz II (Schwefelsäure) zugeben und umschwenken, die ursprüngliche Farbe kommt wieder zum Vorschein
- aus Titrierspritze solange Titrationslösung (Reagenz III =Iodat-Iodid-Lösung) unter Umschütteln zugeben, bis ein Farbumschlag nach blauviolett erfolgt, der mindestens 10 Sekunden bestehen bleibt
- Verbrauch an Titrationslösung an der Spritze ablesen und Wert mit 10 multiplizieren, entspricht der Konzentration an freier Schwefliger Säure in mg/l

Titration von Rotwein:

- 2 Prüfröhrrchen mit dem zu untersuchenden Wein mehrmals ausspülen und bis zur Ringmarke (5 ml) einfüllen
- 5 Tropfen Reagenz IV (Natronlauge) zugeben und umschwenken, Farbumschlag nach dunkelgrün, 5 Minuten stehen lassen
- beide Röhrrchen dicht nebeneinander auf eine weiße Papierunterlage stellen, oder vor eine Leselampe stellen
- 2 Tropfen Reagenz I (Stärke-Lösung) in beide Röhrrchen geben und umschwenken
- 8 Tropfen Reagenz II (Schwefelsäure) in beide Röhrrchen geben und umschwenken Im rechet Röhrrchen kommt die ursprüngliche Farbe wieder zum Vorschein
- aus Titrierspritze solange Titrationslösung (Reagenz III =Iodat-Iodid-Lösung) nur in das rechte Röhrrchen unter Umschütteln zugeben, bis die Farbe im Vergleich zum linken Röhrrchen schlagartig zu einem dunkleren Rot erfolgt, die Farbvertiefung sollte mindestens 10 Sekunden bestehen bleiben
- Verbrauch an Titrationslösung an der Spritze ablesen und Wert mit 10 multiplizieren, entspricht der Konzentration an freier Schwefliger Säure in mg/l

Wasserstoffperoxid-Lösung 3 %, Gehaltsbestimmung manganometrisch, iodometrisch und cerimetrisch

erforderliche Hilfsmittel:

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

Wasserstoffperoxid-Lösung 3 %,

Manganometrie: Schwefelsäure 25 %, 0,02 mol/l Kaliumpermanganat-Lösung

Iodometrie: 50 ml Pulverflaschen farblos oder 25 ml Erlenmeyer-Kolben mit Glasstopfen, Schwefelsäure 25 %, Kaliumiodid-Lösung 5 %, Ammoniummolybdat-

Lösung 10 %, Zinkiodid-Stärke-Lösung, 0,1 mol/l Natriumthiosulfat-Lösung

Cerimetrie: 0,1 mol/l Cer(IV)-Sulfat-Lösung, 0,01 mol/l Ferroin-Lösung,

Durchführung:

Probelösung:

10 ml Wasserstoffperoxid-Lösung 3 % mit Wasser zu 100 ml im Maßkolben auffüllen.

Titration:

- in einen 25 ml Erlenmeyer-Kolben 10 ml Wasser und 10 Tropfen Schwefelsäure vorlegen
- 0,50 ml Probelösung zugeben
- mit Kaliumpermanganat-Lösung bis zur bleibenden Rosafärbung titrieren

Iodometrie:

Titration:

- in eine 50 ml Pulverflasche oder Erlenmeyer-Kolben mit Glasstopfen 10 ml Wasser vorlegen
- 0,50 ml Probelösung zugeben
- mit je 10 Tropfen Kaliumiodid-Lösung und Schwefelsäure und 3 Tropfen Ammoniummolybdat-Lösung (Katalysator) 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

Cerimetrie:

Titration:

- in einen 25 ml Erlenmeyer-Kolben 10 ml Wasser vorlegen
- mit 3 Tropfen Indikator (Ferroin-Lösung) und 10 Tropfen Schwefelsäure versetzen
- 0,50 ml Probelösung zugeben
- mit 0,1 mol/l Cer(IV)-Sulfat-Lösung bis zum Farbumschlag von rot nach hellblau titrieren

Berechnung:

1 ml 0,02 mol/l Kaliumpermanganat bzw. 0,1 mol/l Natriumthiosulfat bzw. 0,1 mol/l Cer(IV)-Sulfat entsprechen 1,7 mg Wasserstoffperoxid

Zinkoxid in Zinksalbe

erforderliche Hilfsmittel:

25 ml Erlenmeyer-Kolben, Tuberkulin-Spritzen, Maßkolben 100 ml, Pipette 2 ml, Becherglas 100 ml, Messzylinder 25 ml

Zinksalbe, Essigsäure (10 %), Acetatpuffer, Xylenolorange-Verreibung, Indikator-Puffer-Tabletten, Ammoniak-Lösung 10 %, 0,1 mol/l EDTA-Lösung

Durchführung:

Probelösung

1 g Zinksalbe wird mit 20 ml Essigsäure aufgekocht und im Maßkolben mit destilliertem Wasser zu 100 ml aufgefüllt.

Titration gegen Xylenolorange bei pH 5

- in einen 25 ml Erlenmeyer-Kolben 10 mL Wasser vorlegen
- 2,00 ml Probelösung zugeben
- mit 2 ml Acetat-Puffer und einer Mikrospatel-Spitze Xylenolorange-Verreibung versetzen, gut mischen
- bis zum Farbumschlag nach rotviolett nach gelb 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/l EDTA-Lösung titrieren

Berechnung:

1 ml 0,1 mol/l EDTA entspricht 8,13 mg Zinkoxid

F 6. Vorschriften zur Herstellung der Reagenzien

F 6.1. Reagenzien für die Tüpfelanalytik

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

Acetatpuffer zum Zink-Nachweis:

27,2 g Natriumacetat-3 Hydrat werden in 50 ml Wasser gelöst, mit 12 ml Eisessig versetzt und mit Wasser zu 100 ml aufgefüllt.

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.

Ammoniak-Lösung 10 %:

40 ml 25 %ige Ammoniaklösung werden mit Wasser zu 100 ml aufgefüllt.

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.

Ammonium-Cer(IV)-Nitrat-Lösung:

14 ml Salpetersäure (65 %) werden mit 50 ml Wasser gemischt. In dieser Mischung werden 10 g Ammonium-Cer(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!

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 wird in Wasser gelöst und zu 100 ml aufgefüllt.

Bariumchlorid-Lösung 0,05 mol/l:

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

Biuret RL:

Stammlösung:

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

Cresolphthalein-Lösung: GHS 02, Gefahr

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

α, α - Dipyridyl-Lösung:

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

Eisen (III)chlorid-Lösung 50 g/l:

5 g Eisen (III)- Chlorid 6 Hydrat 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 10 %:

10 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.

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.

Kaliumhexacyanoferrat (II) - Lösung:

5 g Kaliumhexacyanoferrat (II) werden in Wasser gelöst und zu 100 ml aufgefüllt.

Kaliumiodid RL:

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

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.

Methoxyphenylessigsäure-Lösung:

540 mg Methoxyphenylessigsäure werden in 4 ml Ethanol gelöst und danach mit 1,2 ml 1 mol/L Kalilauge versetzt

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.

Natriumcarbonat-Lösung 0,5 mol/L:

5,3 g wasserfreies oder 14,3 g Natriumcarbonat- 10 Hydrat werden in Wasser gelöst und mit Wasser zu 100 ml aufgefüllt.

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) werden mit Wasser zu 100 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.

1.10 Phenanthrolin-Lösung:

100 mg 1.10 Phenanthrolin werden in 10 ml Wasser gelöst.

Phenolphthalein-Lösung:

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

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.

Propionaldehyd-Lösung:

2,5 ml Propionaldehyd werden mit 7,5 ml 1-Propanol gemischt und mit Wasser zu 25 ml aufgefüllt. Über die Haltbarkeit liegen bisher noch keine Erfahrungen vor.

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.

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.
Braunglasflasche !!!

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.

Thymolphthalein-Lösung:

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

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 Leitungswasser bis zum Eichstrich aufgefüllt. Die Lösung muss dunkelgrün gefärbt sein.

Wasserstoffperoxid-Lösung (3 %):

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

Xylenolorange-Verreibung:

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

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, (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.

F 6.2. Reagenzien für die Halbmikro-Titration

Aluminium-Aceto-Tartrat-Lösung (Essigsäure Tonerde)

In einem 400 ml Becherglas werden 30 g Aluminiumsulfat 18 Hydrat in 135 ml Wasser gelöst unter Verwendung eines Magnet-Rührgerätes. Nach Auflösung des Salzes werden bei laufendem Rührgerät portionsweise 13,5 g Kalziumkarbonat zugegeben, dabei entweicht Kohlendioxid. Das Becherglas wird mit einer Uhrglasschale verschlossen, die Suspension wird 5 min weiter gerührt. Mit einer Tropfpipette wird eine Mischung aus 11 ml Eisessig und 25 ml Wasser innerhalb von 5 min eingetragen. Die Suspension wird weitere 15 min gerührt und danach in einem 250 ml Messzylinder filtriert. Das Volumen des Filtrates wird abgelesen, je 100 ml werden 3,5 g Weinsäure zugesetzt.

Ammoniummolybdat-Lösung 10 %:

10 g Ammoniummolybdat werden in Wasser gelöst und zu 100 ml aufgefüllt.

Ammoniumthiocyanat-Lösung 0,1 mol/l:

Diese Lösung ist gebrauchsfertig in Handel erhältlich oder unter Verwendung einer Ampulle (Fixanal, Titrisol) selbst herzustellen.

Benedict Reagenz zur quantitativen Zuckerbestimmung „Glycurator-Reagenz“:

18,0 g Kupfersulfat - 5 Hydrat werden in Wasser gelöst und mit Wasser zu 100 ml aufgefüllt. 200 g Natriumcitrat - 3 Hydrat, 200 g Natriumcarbonat - 10 Hydrat und 125 g Kalium – Thiocyanat werden jeweils getrennt in je 250 ml Wasser gelöst. Diese drei Lösungen werden gemischt, mit 5 ml Kaliumhexacyanoferrat (II)-Lösung (5 g in 100 ml Wasser gelöst) versetzt. Nach Zusatz der Kupfersulfat-Lösung wird mit Wasser zu 1000 ml aufgefüllt.

Blaulauge 0,33 mol/L für ein Probevolumen für 2,5 ml (HM-Titration):

GHS 05, Achtung

33,3 ml 1 mol/l Natronlauge und 2 mL Bromthymolblau-Lösung (0,1 %) werden in einen 100 ml Maßkolben pipettiert und mit Wasser zu 100 ml aufgefüllt.

Blaulauge 0,133 mol/l für ein Probevolumen für 10 ml (HM-Titration):

GHS 05, Achtung

13.3 ml 1 mol/l Natronlauge und 2 ml Bromthymolblau-Lösung (0,1 %) werden in einen 100 ml Maßkolben pipettiert und mit Wasser zu 100 ml aufgefüllt.

Bromthymolblau-Lösung: GHS 02, Achtung

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

0,1 mol/L Cer(IV)-Sulfat-Lösung: GHS 05, Achtung

Diese Lösung ist auch gebrauchsfertig aus dem Chemikalienhandel zu beziehen.

42 g Cer(IV)-Sulfat-4 Hydrat oder 65 g Ammonium-Cer(IV)-Sulfat werden in 750 ml Wasser und 30 ml konzentrierter Schwefelsäure gelöst, evtl. leicht auf dem Wasserbad erwärmt. Nach dem Auflösen wird auf 1000 ml im Maßkolben aufgefüllt.

Einstellung der 0,1 mol/l Cer(IV)-Sulfat-Lösung:

50 ml dieser Lösung werden mit einem Messzylinder entnommen. Aus dem Messzylinder werden mit Vollpipette 3 mal 10 ml in je einen 200 ml Erlenmeyer-Kolben mit NS 29 und Glasstopfen pipettiert. 10 ml Kaliumiodid-Lösung, 50 ml Wasser und 10 ml Schwefelsäure werden zugeben, mit Glasstopfen verschlossen und 10 Minuten lichtgeschützt stehen gelassen. Mit 0,1 mol/l Natriumthiosulfat-Lösung wird bis zur zitronengelben Färbung titriert, nach Zusatz von 10 Tropfen Zinkiodid – Stärke-Lösung (Farbumschlag blauschwarz) weiter bis zur Entfärbung titriert.

Sollverbrauch: 10 ml 0,1 mol/l Natriumthiosulfat-Lösung

Korrekturfaktor: Sollverbrauch / Ist-Verbrauch

Ist der Ist -Verbrauch kleiner als 10 ml ist die Lösung stärker und sollte auf den Korrekturfaktor von 1,000 eingestellt werden

Cresolphthalein-Lösung: GHS 02, Gefahr

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

Eisen(III)ammoniumsulfat-Lösung:

10 g Ammoniumeisen(III)sulfat (Eisenalaun) werden in ca. 50 ml destilliertem Wasser gelöst und bis zur hellgelben Färbung wird konzentrierte Salpetersäure tropfenweise zugegeben. Danach wird mit destilliertem Wasser auf 100ml aufgefüllt.

Ferroun-Lösung:

Stammlösung 0,025 mol/l

Lösung A: 0,695 g Eisen(II)sulfat – 7 Hydrat in 30 ml Wasser lösen

Lösung B: 1,487 g 1.10 Phenanthrolin Monohydrat oder

1,625 g 1.10 Phenanthrolin-Hydrochlorid in 30 ml Wasser lösen

Beide Lösungen mischen (Farbumschlag nach tiefrot) und zu 100 ml auffüllen

Gebrauchslösung 0,01 mol/L

40 ml Stammlösung zu 100 ml mit Wasser auffüllen oder die Einwaagen auf 250 ml auffüllen

Fluorescein-Lösung:

200 mg Fluorescein-Natrium werden in Wasser gelöst und zu 100 ml aufgefüllt.

0,05 mol/L Iodid-Iodat-Lösung:

3,5667 g Kaliumiodat und 35 g Kaliumiodid werden in destilliertem Wasser vollständig gelöst, mit 1 ml 1 mol/l Natronlauge versetzt und danach auf 1000 ml aufgefüllt.

Iod-Spiritus, konzentrierter, (Spiritus Iodi concentratus)

Kaliumiodid	30,0 g
Iod	70,0 g
Wasser	70,0 g
Ethanol	830,0 g

Das Kaliumiodid wird in dem Wasser gelöst. In der Lösung wird das Iod unter Rühren gelöst und das Ethanol hinzugefügt. Die Dichte beträgt 0,895 – 0,907 g/ml.

0,0167 mol/l Kaliumiodat-Lösung:

3,5667 g Kaliumiodat wird in destilliertem 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.

0,02 mol/l Kaliumpermanganat-Lösung (Maßlösung):

Diese Lösung sollte gebrauchsfertig gekauft werden.

Methylorange-Lösung:

0,1 g Methylorange werden in Wasser gelöst und zu 100 ml aufgefüllt.

Mischindikator nach Cooper:

GHS 05, Gefahr wenn alkoholische Lösung, wässrige Lösung nicht eingestuft

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.

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-Natrium Salz 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:

GHS 05, Gefahr wenn alkoholische Lösung, wässrige Lösung nicht eingestuft

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 Umschlagspunkt (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

Natriumcarbonat-Lösung 0,5 mol/L:

5,3 g wasserfreies oder 14,3 g Natriumcarbonat- 10 Hydrat werden in Wasser gelöst und mit Wasser zu 100 ml aufgefüllt.

0,1 mol/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.

0,1 mol/l Natronlauge (Maßlösung): GHS 05, Achtung

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

Phenolphthalein-Lösung: GHS 02, Gefahr

0,1 g Phenolphthalein wird in Ethanol (Brennspiritus) gelöst oder 10 ml Phenolphthalein-Lösung 1 % werden mit Ethanol zu 100 ml aufgefüllt.

0, 1 mol/l Salzsäure (Maßlösung): GHS 05, Achtung

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

Schwefelsäure 25 %: GHS 05, Gefahr

75 ml destilliertes Wasser werden vorlegt, portionsweise wird vorsichtig unter Kühlung 16,5 ml konzentrierte Schwefelsäure zugeben und nach Abkühlung auf 20° C wird mit Wasser zu 100 ml aufgefüllt.

Silbernitrat-Lösung 0,1 mol/l:

Diese Lösung ist gebrauchsfertig in Handel erhältlich oder unter Verwendung einer Ampulle (Fixanal, Titrisol) selbst herzustellen.

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.

Thymolphthalein-Lösung: GHS 02, Gefahr:

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

Universalindikator nach Mc Crumb modifiziert: GHS 02, Achtung

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 Leitungswasser bis zum Eichstrich aufgefüllt. Die Lösung muss dunkelgrün gefärbt sein.

Zinkiodid-Stärke-Lösung: GHS 07, Achtung

Diese Lösung ist gebrauchsfertig im Chemikalienhandel erhältlich, kann aber auch selbst nach der folgenden Vorschrift hergestellt werden

Originaltext aus dem DAB 6 (1926):

„4 g lösliche Stärke und 20 g Zinkchlorid werden in 100 g siedendem 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 Schwefelsäure (1 + 5) nicht blau färben, muß aber durch 1 Tropfen Jodlösung (1/10 - Normal - Jodlösung) stark blau gefärbt werden.“

Hinweise: Kartoffelstärke in Wasser ohne Klumpen 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 destilliertem 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 zu 1000 mL auf. Eine leichte Blaufärbung ist durch tropfenweise Zugabe von 0,1 mol/L Natriumthiosulfat-Lösung unter Umschütteln zu beseitigen.

Literaturverzeichnis

Autenrieth - Keller

Quantitative chemische Analyse

1959, Dresden und Leipzig, Theodor Steinkopff - Verlag

Jander, G.

Neuere maßanalytische Methoden, Die chem. Analyse Bd. 33

1956, Stuttgart, Ferdinand Enke Verlag

Jander, G., Jahr, K.F.

Maßanalyse, Sammlung Göschen Bd 221 /221 a

1940, Berlin, Walter de Gruyter – Verlag

Felber, W., Hampel, J., Otto, S., Röllig, H-E

Laborkunde für Chemiefacharbeiter und - Laboranten Band II

1955, Berlin, Volk und Wissen Volkseigener Verlag

Felber, W., Hampel, J. Opitz, R.

Laborkunde Band II

1969, Leipzig, VEB Deutscher Verlag für Grundstoffindustrie

Felber, W., Räthe, Cl.

Laborpraxis für Chemieberufe

1987, Leipzig, VEB Deutscher Verlag für Grundstoffindustrie

Gerdes, E.

Qualitative anorganische Analyse

1998, Berlin, Heidelberg, New York, Springer Verlag

Gübitz, T., Haubold, G., Stoll, C.

Analytisches Praktikum Quantitative Analyse, Band 2 b

1993, Weinheim, New York, Basel, VCH Verlagsgesellschaft

Kaltofen, R., Opitz, R., Schumann, K., Ziemann, J.

Tabellenbuch Chemie

1975, Leipzig, VEB Deutscher Verlag für Grundstoffindustrie

Medicus, L., Poethke, W.

Maßanalyse

1952, Leipzig und Dresden, Theodor Steinkopff - Verlag

Mohr, F.

Lehrbuch der chemisch - analytischen Titrimethode

1874, Braunschweig, Vieweg - Verlag

Müller, O.

Lehrbuch der angewandten Chemie, Bd III Quantitativ - anorganisches Praktikum

1975, Leipzig, S. Hirzel – Verlag

Petzold, W.

Die Cerimetrie

1955, Weinheim, Verlag Chemie

- Poethke, W.
Praktikum der Maßanalyse
1973, Dresden, Verlag Theodor Steinkopff
- Proske, W., Franke, A., Haubold, P.
Ausgewählte Methoden der Umweltanalytik
2005, Clausthal-Zellerfeld, Firmenschrift Windaus Labortechnik
- Proske, W., Wiskamp, V., Jenny, J.
Einsatz von Tuberkulin-Spritzen in der Maßanalyse
in GIT Labor- Fachzeitschrift 1/1999 51
- Proske, W., Wiskamp, V.
Titrationen im Halbmikromaßstab
MNU – Der mathematisch – naturwissenschaftliche Unterricht Jg. 58 (2005) Heft 8 487 – 488
- Proske, W., Venke, S.
Halbmikrotitrationen (Quantitative Analyse von Haushaltsprodukten) S. 16-20
Naturwissenschaften im Unterricht, Heft 120 Nov. 2010
- Rauscher, K., Engst, R., Freimuth, U.
Untersuchung von Lebensmitteln
1972, Leipzig, VEB Fachbuchverlag
- Rauscher, K., Voigt, J., Wilke, I., Wilke, K-H.
Chemische Tabellen und Rechentafeln für die analytische Praxis
1986, Leipzig, VEB Deutscher Verlag für Grundstoffindustrie
- Rödicker, H.
Analytische Chemie Band I Maßanalyse
1966, Leipzig, VEB Deutscher Verlag für Grundstoffindustrie
- Schmidkunz, H., Proske, W., Venke, S. (Herausgeber)
Naturwissenschaften im Unterricht Chemie Heft 120 Analytisch arbeiten
2010, Seelze, Friedrich Verlag
- Sher, U. H.
Two-Step Mixed Indicator for Kjeldahl Nitrogen Titration
In Analytical Chemistry 1955, 27 (5), pp 831 - 832
- Specht, F.
Quantitative anorganische Analyse in der Technik
1953, Weinheim, Verlag Chemie GmbH
- Wagner, F.
Quantitative Bestimmung von Natriumnitrit im Pökelsalz
in PdN CHIS 1/50. Jg 2001 43 - 45
- Waselowsky, K.
Mit Meßkolben und Bürette
1987, Stuttgart, Kosmos, Franckh'sche Verlagshandlung
- Werner, W.
Qualitative anorganische Analyse für Pharmazeuten und Naturwissenschaftler
2006, Stuttgart, Wissenschaftliche Verlagsgesellschaft mbH

Winkler, C.
Practische Uebungen in der Maanalyse
1902, Leipzig, Verlag von Arthur Felix

Winlab
Laborchemikalien 2010
2010, Clausthal-Zellerfeld, Firmenschrift Windaus Labortechnik