

Qualitative und quantitative Analytik von Geschirrspültabs

Schulchemiezentrum

**Dipl.-Ing. (FH) Wolfgang Proske
Bahnhofstr. 18, 06895 Zahna-Elster
Sachsen-Anhalt / Deutschland**

Tel: 034924 / 20648

Fax: 034924 / 20011

www.schulchemiezentrum.de

wolfgang_proske@web.de

mit einer Einleitung von OStR Klaus Ruppertsberg,
IPN Kiel

Kiel und Zahna-Elster, 2017

Ausgabe 3 / Mai 2020

Inhaltsverzeichnis

Schulchemiezentrum.....	1
Einleitung.....	6
1 Theoretische Grundlagen der qualitativen Nachweisreaktionen	7
1.1 Nachweis von Kationen.....	7
1.1.1 Nachweis von Natrium-Ionen	7
1.2 Nachweis von Anionen.....	7
1.2.1 Nachweis von Carbonat-Ionen	7
1.2.2 Nachweis von Chlorid-Ionen	7
1.2.3 Nachweis Percarbonat (Bleichmittel).....	8
1.2.4 Nachweis von Phosphat-Ionen.....	8
1.2.5 Nachweis von Silicat-Ionen	8
1.2.6 Nachweis von Sulfat-Ionen.....	9
1.3 Nachweis von organischen Stoffen.....	9
1.3.1 Nachweis von Cellulose mit Zinkchlorid-Iod-Lösung (Chlorzink-Iod-Lösung)	9
1.3.2 Nachweis von Stärke	9
1.3.3 Nachweis von Tensiden	9
1.3.3.1 Anionische Tenside.....	9
1.3.3.2 Kationische Tenside.....	10
1.3.3.3 Nichtionische Tenside	10
2 Theoretische Grundlagen der quantitativen Bestimmungen	11
2.1 Maßanalyse	11
2.1.1 Einleitende Gedanken	11
2.1.2 Theoretische Grundlagen.....	11
2.1.2.1 Maßanalyse, was ist das eigentlich?	11
2.1.2.2 Voraussetzungen für maßanalytische Bestimmungen	12
2.1.2.3 Stöchiometrische Grundlagen.....	12
2.1.2.3.1 Berechnung der Stoffmengenkonzentration in mol/L	12
2.1.2.3.2 Maßanalytische Berechnungen.....	12
2.1.2.4 Einteilung maßanalytischer Verfahren.....	13
2.1.2.4.1 Art der Titration.....	13
2.1.2.4.2 Chemismus	13
2.1.2.4.3 Art der Endpunkterkennung.....	14
2.1.2.5 Titrations im Halbmikro-Maßstab	14
2.1.2.5.1 Vorteile Halbmikro-Titration	14

2.1.2.5.2 Nachteile Halbmikro-Titration.....	14
2.1.2.5.3 Praxis: Luftblasenfreies Aufziehen von Tuberkulin-Spritzen.....	15
2.2 Chemische Grundlagen	16
2.2.1 Säure – Basen-Titrationsen	16
2.2.1.1 Bestimmung von Alkalihydroxid und Alkalicarbonat nebeneinander (Verfahren nach Warder).....	17
2.2.1.2 Berechnung der Hydroxid-, Carbonat- und Hydrogencarbonat- Konzentration aus m- und p - Wert	18
2.2.2 Redox titrationen	18
2.2.2.1 Manganometrie.....	20
2.2.2.2 Iodometrie.....	20
2.2.2.3 Cerimetrie.....	22
2.2.2.3.1 Chemische Grundlagen der Cerimetrie.....	22
2.2.2.3.2 Vorteile der Cerimetrie.....	22
2.2.3 Fällungstitration	22
2.2.3.1 Bildung eines gefärbten Niederschlages Methode nach Mohr	23
2.2.3.2 Bildung einer gefärbten Lösung, Methode nach Volhard.....	23
2.2.3.3 Einsatz eines Adsorptionsindikators: Methode nach Fajans	24
3 Arbeitsvorschriften qualitative Nachweisreaktionen	25
3.1 Anorganische Stoffe	25
3.1.1 Nachweis von Carbonat-Ionen	25
3.1.2 Nachweis von Chlorid-Ionen	25
3.1.3 Modifizierte Durchführung Nachweis von Chlorid, Carbonat, Phosphat	25
3.1.4 Nachweis von Natrium-Ionen	25
3.1.5 Nachweis von Percarbonat	26
3.1.5.1 Methode 1: Nachweis mit Kaliumiodid-Stärke-Papier.....	26
3.1.5.2 Methode 2: Nachweis mit Zinkiodid-Stärke-Lösung.....	26
3.1.5.3 Methode 3: Nachweis mit Titanylsulfat-Lösung	26
3.1.6 Nachweis von Phosphat-Ionen.....	26
3.1.7 Nachweis von Silikat-Ionen	26
3.1.8 Nachweis von Sulfat-Ionen.....	27
3.2 Organische Stoffe.....	27
3.2.1 Nachweis von Cellulose	27
3.2.2 Nachweis von Stärke	27
3.2.3 Nachweis von Nio-Tensiden.....	27
4 Quantitative Bestimmungen	28

4.1 Natriumcarbonat in Geschirrspültabs.....	28
4.2 Natriumchlorid-Gehalt im Regenerier-Salz.....	29
4.2.1 Verfahren nach Fajans.....	29
4.2.2 Verfahren nach Volhard	29
4.3 Bleichmittel berechnet als Wasserstoffperoxid	30
4.3.1 Manganometrie.....	31
4.3.2 Iodometrie.....	31
4.3.3 Cerimetrie.....	31
5 Vorschriften zur Herstellung der Reagenzien	32
5.1 Reagenzien für die Tüpfelanalytik.....	32
5.1.1 Bariumchlorid-Lösung 0,05 mol/L.....	32
5.1.2 Calciumchlorid – Lösung.....	32
5.1.3 Iod-Kaliumiodid-Lösung nach Lugol	32
5.1.4 Methoxyphenylelessigsäure-Lösung.....	32
5.1.5 Oxalsäure-Lösung 0,5 mol/L.....	32
5.1.6 Phosphat-Reagenz.....	32
5.1.7 Salpetersäure 1 mol/L	32
5.1.8 Salzsäure 10%.....	32
5.1.9 Schwefelsäure 3 mol/L = 25%	32
5.1.10 Schwefelsäure 1 mol/L	33
5.1.11 Silbernitrat-Lösung (1%).....	33
5.1.12 Titanylsulfat-Lösung	33
5.1.13 Wolframatophosphorsäure-Lösung.....	33
5.1.14 Zinkchlorid-Iod-Lösung (Chlor-Zink-Iod) - Cellulose-Nachweis nach Behrens.....	33
5.2 Reagenzien für die Halbmikro-Titration	33
5.2.1 Ammoniummolybdat-Lösung 10%.....	33
5.2.2 Ammoniumthiocyanat-Lösung 0,1 mol/L.....	33
5.2.3 Eisen(III)-ammoniumsulfat-Lösung	33
5.2.4 Ferroin-Lösung	33
5.2.5 Fluorescein-Lösung.....	34
5.2.6 Kaliumiodid-Lösung 5%	34
5.2.7 Maßlösung 0,02 mol/L Kaliumpermanganat-Lösung.....	34
5.2.8 Mischindikator nach Cooper	34
5.2.9 Maßlösung 0,1mol/L Natriumthiosulfat-Lösung.....	34
5.2.10 Salpetersäure 2 mol/L:	34
5.2.11 Maßlösung 2 mol/L Salzsäure: GHS 05, Achtung	35

5.2.12 Schwefelsäure 25%: GHS 05, Gefahr.....	35
5.2.13 Silbernitrat-Lösung 0,1 mol/L.....	35
5.2.14 Stärke-Lösung, haltbar	35
5.2.15 Zinkiodid-Stärke-Lösung: GHS 07, Achtung.....	35
6 Protokoll über bisherige Experimente	36
6.1 Gewicht	36
6.2 Verhalten beim Auflösen	36
6.3 Ergebnisse der qualitativen Untersuchungen.....	37
6.4 Ergebnisse der quantitativen Bestimmungen.....	40
6.5 Bestimmung des Bleichmittelgehaltes in schwefelsaurer Probelösung.....	42
Literaturverzeichnis.....	44
Hinweis.....	46

Einleitung

Im Sommer 2016 wechselten fast alle Hersteller und Vertreiber von „Maschinengeschirrspülmitteln“ –so die offizielle Bezeichnung- ohne Vorankündigung für die Verbraucher ihre Rezepturen, was teilweise unbemerkt blieb, teilweise aber auch durch schlechte Spülergebnisse, Verfärbungen und dergleichen auffiel. Hintergrund war das Herannahen des 1. Januar 2017, denn ab diesem Datum sollten gemäß EU-Verordnung 648/2004 –analog zu den Waschmitteln- nun auch die Maschinengeschirrspülmittel nahezu phosphatfrei sein. Auf der 64. MNU-Tagung in Bremerhaven beschlossen Wolfgang Proske und ich, dies zum Thema für den kontextorientierten experimentellen Chemieunterricht zu machen und am Beispiel der „Pressstücke“ oder „Tabs“, die mit derzeit 75% den Markt weit vor den pulverförmigen Maschinengeschirrspülmitteln dominieren, einmal näher zu untersuchen. Dabei herausgekommen ist mit viel Fleißarbeit dieses Skript, das mit der Druckereinstellung „als Broschüre drucken“ zu einem handlichen Heftchen wird.

Uns ist bewusst, dass nicht jede Schule über alle genannten Chemikalien verfügen wird, aber es gibt ja auch Schülerforschungszentren und Schulen mit gehobener Ausstattung, denen „Wolframatophosphorsäure“ kein Fremdwort ist. Aber auch für Schulen mit geringerer Ausstattung gibt dieses Heftchen eindrucksvolle Analysen, Vergleiche und Erkenntnisse her, die Spaß machen und zum Verständnis des hochkomplizierten Alltagsproduktes beitragen können.

Dieses Heftchen unterliegt keinem Änderungsdienst – sollten sich also in der Folgezeit Einstufungen von Chemikalien ändern, so ist dies bitte in eigener Verantwortung nachzutragen. Anregungen und eventuelle Fehlermeldungen bitten wir an das Schulchemiezentrum in Zahna-Elster zu senden.

Weiterhin müssen wir darauf hinweisen, dass Anleitungen in diesem Heftchen nur unter Beachtung der jeweils örtlich geltenden Schul- und Sicherheitsvorschriften, z.B. RiSU und Gefahrstoffverordnung, durchzuführen sind. Insbesondere möchten wir an das richtige Tragen der Schutzbrillen beim Arbeiten mit Alkalien und Peroxoverbindungen erinnern.

Wir wünschen viel Freude beim Lesen und Experimentieren!

Wolfgang Proske, Schulchemiezentrum Zahna-Elster
Klaus Ruppertsberg, IPN Kiel

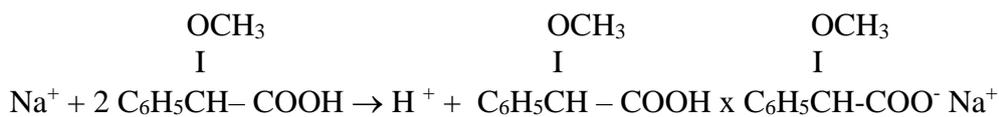
1 Theoretische Grundlagen der qualitativen Nachweisreaktionen

1.1 Nachweis von Kationen

1.1.1 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.



Methoxyphenylelessigsäure gehört(e) zum Reagenziensatz der Apotheken und ist daher weiter verbreitet, als man vor schulischem Hintergrund vermuten könnte. Weitaus preiswerter und auch einfacher ist allerdings der Nachweis von Natrium mittels Flammenfärbung. Anstelle der sehr teuer gewordenen Magnesiastäbchen lässt sich auch ein neuer oder gut gereinigter Nasenzerstäuber einsetzen, mit dem die zu testende Lösung einfach in die Flamme des Gasbrenners gesprüht wird.

1.2 Nachweis von Anionen

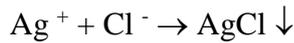
1.2.1 Nachweis von Carbonat-Ionen

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

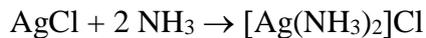


1.2.2 Nachweis von Chlorid-Ionen

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



Dieser Niederschlag löst sich leicht in Ammoniaklösung.



1.2.3 Nachweis Percarbonat (Bleichmittel)

Percarbonat ist eine Additionsverbindung aus Carbonat und Wasserstoffperoxid. Sie zerfällt in wässriger Lösung in Carbonat und Wasserstoffperoxid

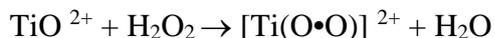
Methode 1: Nachweis mit Kaliumiodid-Stärke-Papier in saurer Lösung

Iodid-Ionen werden zu elementarem Iod oxidiert, welches mit Stärke eine blauschwarze Färbung ergibt.



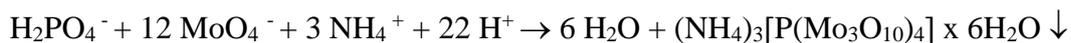
Methode 2: Nachweis mit Titanylsulfat

Titanylsulfat reagiert mit Wasserstoffperoxid in saurer Lösung, es entsteht ein gelber Farbkomplex.



1.2.4 Nachweis von Phosphat-Ionen

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.

1.2.5 Nachweis von Silicat-Ionen

Kieselsäure reagiert mit Ammoniummolybdat in Anwesenheit von Schwefelsäure, es entsteht die gelbe β -Silicomolybdänsäure, wenn Silicat in höheren Konzentrationen vorliegt.

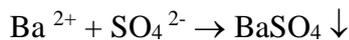


Durch Reduktionsmittel, z. B. Zinn(II)-Chlorid wird diese zu β -Silicomolybdänblau reduziert. Mittels dieses Verfahrens lassen sich Spuren von Silicat nachweisen.

Orthophosphat (siehe 1.2.4) reagiert analog. Störungen durch Orthophosphat lassen sich durch Zusatz von Weinsäure, Citronensäure oder Oxalsäure beseitigen. Sie zerstören selektiv analog vorliegende Phosphor-Komplexe.

1.2.6 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.



1.3 Nachweis von organischen Stoffen

1.3.1 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 Farbtönung ist von der Struktur der Cellulose abhängig.

1.3.2 Nachweis von Stärke

Stärke bildet mit Iod-Lösung (Iod-Kaliumiodid-Lösung nach Lugol) eine tiefblaue Einschlussverbindung. Sie ist nur in der Kälte beständig und verschwindet beim Erhitzen. Beim Abkühlen tritt sie wieder auf. Die einzelnen Stärkearten (Kartoffelstärke, Reisstärke, Weizenstärke) lassen sich nur mikroskopisch voneinander unterscheiden.

1.3.3 Nachweis von Tensiden

Man unterscheidet anionische, kationische und nichtionische Tenside.

1.3.3.1 Anionische Tenside

bilden mit Methyleneblau (kationischer Farbstoff) eine blaugefärbte Komplexverbindung, welche in Dichlormethan löslich ist. Methyleneblau ist in Dichlormethan unlöslich.

1.3.3.2 Kationische Tenside

bilden mit Bromphenolblau (anionischer Farbstoff) eine blaue Komplexverbindung, welche in Dichlormethan löslich ist. Bromphenolblau ist in Dichlormethan unlöslich

1.3.3.3 Nichtionische Tenside

Das charakteristische Merkmal von nichtionischen Tensiden ist die im Molekül enthaltene hydrophile Polyethylenkette $[R - CH_2 - O - (CH_2 - CH_2 - O)_n - H]$.

Die Sauerstoffatome reagieren im sauren Medium mit Wolframatophosphorsäure (Phosphorwolframsäure) unter Bildung eines weißen Niederschlages.

2 Theoretische Grundlagen der quantitativen Bestimmungen

2.1 Maßanalyse

2.1.1 Einleitende Gedanken

Warum ist die Maßanalyse für die Schule interessant?

- experimentell gut durchführbar
- Erziehung zu sauberen und exakten Arbeiten
- Schulung manueller Geschicklichkeit
- viele chemische Sachverhalte sind mit maßanalytischen Methoden gut zu veranschaulichen
- geringer zeitlicher und materieller Aufwand
- Erziehung zum kritischen Denken
- praktische Möglichkeit für umweltfreundliches und sicherheitsgerechtes Experimentieren
- Alltagsbezug

2.1.2 Theoretische Grundlagen

2.1.2.1 Maßanalyse, was ist das eigentlich?

Definition nach Friedrich Mohr (1855), Lehrbuch der chemisch - analytischen Titrimethode (sic!): *„Titriren 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 ein Farbumschlag erreicht ist. Aus der Menge der verbrauchten Maßlösung, deren Konzentration, dem Probevolumen und dem Äquivalenz-Faktor kann man die Konzentration des gesuchten Stoffes berechnen.

Titration = Waage

zwei Stoffe reagieren miteinander



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 sich ändert, das Zünglein an der Waage im Gleichgewicht steht
- aus der Menge B kann man auf die Menge A schließen

2.1.2.2 Voraussetzungen für maßanalytische Bestimmungen

- quantitativer, genau definierter Reaktionsverlauf
- keine störenden Nebenreaktionen
- hohe Reaktionsgeschwindigkeit
- Endpunkt der Reaktion muss erkennbar sein, oder sich erkennbar machen lassen
- die Maßlösung muss beständig sein

2.1.2.3 Stöchiometrische Grundlagen

2.1.2.3.1 Berechnung der Stoffmengenkonzentration in mol/L

$$c = w \cdot \rho / M$$

c = Stoffmengenkonzentration in mol/L
 w = Prozentgehalt (Masseprozent)
 ρ = Dichte in g/mL
 M = molare Masse in g/mol

2.1.2.3.2 Maßanalytische Berechnungen

Allgemeine Formel: $m = V_m \cdot F_n \cdot F_m \cdot \text{Aliquot}$	m = Masse in mg
Gehalt in g/l = $V_m \cdot F_n \cdot F_m / V_l$	V_m = Verbrauch an Maßlösung in mL
Gehalt in mol/L = $V_m \cdot F_n \cdot F_m / V_l \cdot M$	F_n = Korrekturfaktor der Maßlösung
Gehalt in % = $V_m \cdot F_n \cdot F_m / a \cdot 10$	m = maßanalytischer Faktor (Anhang)
	V_l = Vorlage in mL
	M = molare Masse in g/mol
	a = Einwaage in g
	Aliquot = Verdünnungsfaktor

2.1.2.4 Einteilung maßanalytischer Verfahren

Maßanalytische Verfahren lassen sich nach verschiedenen Kriterien einteilen, z.B.

- Art der Titration
- Chemismus
- Art der Erkennung des Endpunktes

2.1.2.4.1 Art der Titration

Titrationenverfahren können eingeteilt werden in:

- direkte Titration

Der zu bestimmende Stoff reagiert mit der Maßlösung direkt miteinander.

- 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.

- Verdrängungstitration, auch Substitutionstitration genannt

Das Prinzip dieser Titration 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.

2.1.2.4.2 Chemismus

Grundsätzlich kann man maßanalytische Methoden in zwei Kategorien einteilen:

- Ionenkombinationsreaktion
- Redoxreaktion

Merkmale der Ionenkombinationsreaktion sind:

Reaktionen werden durch einfachen Ionenaustausch vollzogen ohne Wertigkeitsänderung.

Dazu gehören die Säure - Basen -, die Fällungs - und die Komplexbildungsreaktion.

Merkmale der Redoxreaktion sind:

Bei der Reaktion findet ein Wertigkeitswechsel statt. Es ist immer eine Kombination zwischen einer Oxidations- und einer Reduktionsreaktion.

2.1.2.4.3 Art der Endpunkterkennung

Den Endpunkt von Titrationsen kann man erkennen mit:

- visuell mit spezifischen Farbindikatoren
- mittels physikalisch - chemischen Methoden

Es ist möglich, bei Säure – Basen-Titrationsen den Endpunkt konduktometrisch (Leitfähigkeit) oder potentiometrisch (pH - Wertänderung) zu ermitteln. Auch bei Redox-, Fällungs- und komplexometrischer Titration sind potentiometrische Methoden üblich.

2.1.2.5 Titrationsen im Halbmikro-Maßstab

Als Alternative zur klassischen Titration mit 50 mL Büretten bieten sich 1 mL Einmal – Tuberkulin-Spritzen mit einer 0,01 mL Teilung an. Auf den Konus wird eine Kanüle (Größe 20) befestigt. Zur Vermeidung von Stichverletzungen wird die Nadel auf 3-5 mm gekürzt, was bei einer 20er Kanüle problemlos durch Abschneiden mit einer Schere erfolgen kann.

2.1.2.5.1 Vorteile Halbmikro-Titration

- Einsparung von Zeit und Material, dadurch geringere Kosten
- keine undichten Büretten-Hähne als Ursachen für falsche Werte

2.1.2.5.2 Nachteile Halbmikro-Titration

- geringere Haltbarkeit, da sich die Skalen bei längerer Benutzung abgreifen; diesem Problem kann man abhelfen, indem man auf die Spritze einen glasklaren PVC - Schlauch aufzieht
- Ablesung schwieriger, da Schellbachstreifen fehlt
- ungewohntes Handling, luftblasenfreies Aufziehen muss geübt werden

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. In der Regel wird ein Zwanzigstel bis ein Zehntel der Probemenge einer Makrobestimmung eingesetzt. Vergleichende Untersuchungen ergaben, dass die Halbmikrotitration für die Schulpraxis ausreichend genau ist. Als Titrationsgefäße verwendet man, wenn erhitzt werden muss, 25 oder 50 mL Erlenmeyer-Kolben oder Bechergläser. Bei Titrationsen, welche bei Raumtemperatur durchgeführt werden, lassen sich glasklare, farblose Tablettengläser aus Glas oder Plaste einsetzen.

2.1.2.5.3 Praxis: Luftblasenfreies Aufziehen von Tuberkulin-Spritzen

- Spritze mit Kanüle oder abgeschnittener Pipetten-Spitze versehen
- Kolben der Spritze auf Nullpunkt stellen
- Spritze in die Flüssigkeit tauchen, Kolben langsam hochziehen
- Spritze umdrehen, Kolben noch ein wenig herausziehen
- Spritze mit den Fingern beklopfen, sodass 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

2.2 Chemische Grundlagen

2.2.1 Säure – Basen-Titrationen

Alle Säure – Basen-Titrationen sind Neutralisationsreaktionen. Unter einer Neutralisation versteht man die Reaktion von Oxonium-Ionen der Säure und den Hydroxid-Ionen der Base zu undissoziiertem Wasser.



Bei einer Neutralisationstiteration wird eine Säurelösung solange mit einer Base-Lösung versetzt, bis diese neutralisiert ist. Der Punkt, wo sich Säure und Base in ihrer Wirkung aufheben, wird Äquivalenz-Punkt genannt.

Starke Säuren und Basen sind vollständig dissoziiert, schwache Säuren und Basen sind dagegen unvollständig dissoziiert.

Neutralisiert man eine starke Base, z. B. Natronlauge mit einer starken Säure, z.B. Salzsäure ist der Äquivalenz-Punkt identisch mit dem Neutralpunkt ($\text{pH} = 7$)

Wenn man eine starke Säure z.B. Salzsäure mit einer schwachen Base, z.B. Ammoniaklösung neutralisiert, liegt der Äquivalenz-Punkt im sauren Bereich, der pH - Wert ist kleiner als 7.

Wenn man eine schwache Säure, z. B. Essigsäure mit einer starken Base, z.B. Natronlauge neutralisiert, liegt der Äquivalenz-Punkt im basischen Bereich, der pH - Wert ist größer als 7.

Die Ursache ist die Hydrolyse, d.h. die Reaktion des Salzes mit dissoziiertem Wasser.

Als pH - Sprung bezeichnet man die sprunghafte Veränderung des pH - Wertes über mehrere Stufen. Mittels pH - Indikatoren kann man den Äquivalenz-Punkt visualisieren, aber es ist auch möglich, diesen durch Konduktometrie (Leitfähigkeit) oder Potentiometrie (Spannungsänderung) zu erfassen.

Acidimetrie:

Bestimmung der Säure-Konzentration durch Titration mit einer Basen-Maßlösung

Alkalimetrie:

Bestimmung der Basen-Konzentration durch Titration mit einer Säure-Maßlösung

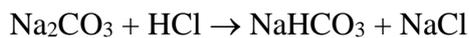
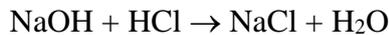
2.2.1.1 Bestimmung von Alkalihydroxid und Alkalicarbonat nebeneinander

(Verfahren nach Warder)

Die zu untersuchende Probe wird zunächst gegen Phenolphthalein mit Salzsäure titriert.

Das Hydroxid wird neutralisiert und das Carbonat zum Hydrogencarbonat umgesetzt.

Phenolphthalein schlägt bei pH 8,2 um



Nach Zusatz von Methylorange oder Mischindikator nach Cooper (kontrastreicherer Farbumschlag) wird, ohne die Bürette aufzufüllen, weiter bis zum Farbumschlag (pH 4,5) weiter titriert. Bei diesem pH-Wert wird auch das Hydrogencarbonat umgesetzt.



Aus dem Verbrauch an Salzsäure für die beiden Titrationsen lässt sich die Konzentration an Hydroxid, Carbonat und Hydrogencarbonat nach der folgenden Tabelle ermitteln.

Bestimmung des p- und m- Wertes:

p - Wert = Verbrauch an 0,1 mol/L Salzsäure bis zur Entfärbung von Phenolphthalein

m - Wert = Gesamtverbrauch an 0,1 mol/L HCl bis zum Farbumschlag des Mischindikators.

Durchführung:

Bestimmung des p - Wertes

100 mL Wasserprobe werden mit 3 Tropfen Phenolphthalein-Lösung versetzt. Die rotviolette Lösung wird vorsichtig bis zur Entfärbung mit 0,1 mol/L Salzsäure titriert.

p - Wert (mmol/L) = Verbrauch an 0,1 mol/L Salzsäure (mL) bei 100 mL Probevolumen

Der p - Wert ist Null, wenn die Probe nach Phenolphthalein-Zusatz farblos bleibt.

Bestimmung des m - Wertes

Die austitrierte Probe wird mit 3 Tropfen Mischindikator nach Cooper versetzt und färbt sich blau. Ohne die Bürette aufzufüllen wird ganz vorsichtig weiter 0,1 mol/L Salzsäure tropfenweise bis zum Farbumschlag von blau über grau nach rot zugegeben.

m - Wert = Gesamtverbrauch 0,1 mol/L Salzsäure

Aus dem p- und m - Wert kann man mittels nachfolgender Tabelle die Konzentration an Hydroxid -, Carbonat - und Hydrogencarbonat-Ionen ermitteln.

2.2.1.2 Berechnung der Hydroxid-, Carbonat- und Hydrogencarbonat-Konzentration aus m- und p - Wert

Titrationsergebnis	Hydroxid	Carbonat	Hydrogencarbonat
$p = 0$	0	0	m
$p < m/2$	0	2p	$m - 2p$
$p = m/2$	0	2p	0
$p > m/2$	$2p - m$	$2(m - p)$	0
$p = m$	p	0	0

Berechnungsbeispiel:

geg. p - Wert = 0,5 mmol/L, d.h. HCl Verbrauch 0,5 mL für 100 mL Probevolumen

m - Wert = 1,5 mmol/L, d.h. Gesamt HCl - Verbrauch 1,5 mL für 100 mL Probe

ges. Konzentration an Hydroxid-, Carbonat- und Hydrogencarbonat-Ionen in mmol/L

Lösung: $p < m/2$ daraus folgt:

Hydroxid = 0

Carbonat = $2p = 1,0$ mmol/L,

Hydrogencarbonat = $m - 2p = 1,5$ mmol/L - $1,0$ mmol/L = $0,5$ mmol/L

2.2.2 Redox titrationen

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

Unter einer Oxidation versteht man:

- Aufnahme von Sauerstoff
- Abgabe von Wasserstoff
- Abgabe von Elektronen.

Unter einer Reduktion versteht man:

- Abgabe von Sauerstoff
- Aufnahme von Wasserstoff
- Aufnahme von Elektronen

Oxidation und Reduktion als Teilreaktionen des Redoxprozesses laufen immer **gleichzeitig** ab. Erforderlich sind immer ein Oxidationsmittel und ein Reduktionsmittel.

Das Oxidationsmittel fungiert als Elektronenempfänger und wird reduziert.

Das Reduktionsmittel fungiert als Elektronenspender und wird oxidiert.

Oxidation = Wertigkeit nimmt zu

Reduktion = Wertigkeit nimmt ab

Oxidationszahl:

Die Oxidationszahl eines Atoms gibt Vorzeichen und Größe der elektrischen Ladung an. Sie dient der quantitativen Charakterisierung von Redoxreaktionen. Aus der Betrachtung des Anfangs - und Endzustandes ergibt sich, welcher Partner oxidiert und welcher Partner reduziert wurde.

Oxidation = Erhöhung der Oxidationszahl

Reduktion = Erniedrigung der Oxidationszahl

Regeln für die Festlegung von Oxidationszahlen:

Elemente haben die Oxidationszahl Null

Fluorid - , Chlorid - Bromid -, Iodid-Ionen - 1

Wasserstoffionen + 1

Sauerstoffionen - 2

Metallionen im Allgemeinen positiv

Nichtmetallionen im Allgemeinen negativ

Im Zweifelsfalle die Elektronegativitätswerte vergleichen, negative Ladung trägt das elektronegativere Element. Die Ladungsbilanz eines Moleküls ist immer Null!

Das Redoxpotential:

Das Redoxpotential ist ein Maß für das Bestreben eines Stoffes Elektronen aufzunehmen oder abzugeben, es charakterisiert die Stärke des Oxidations - bzw. Reduktionsmittels. Es wird gegen eine Standardwasserstoffelektrode gemessen, seine Dimension ist Volt. 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.

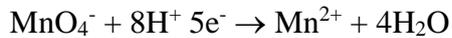
Bedingungen für Redox titrationen:

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

2.2.2.1 Manganometrie

Kaliumpermanganat ist ein starkes Oxidationsmittel, welches häufig für Redox titrationen eingesetzt wird. In stark schwefelsaurer Lösung wird das siebenwertige Mangan (violett) zum zweiwertigen Mangan (farblos) reduziert.

Die elektrochemische Wertigkeit beträgt 5 (7 - 2).

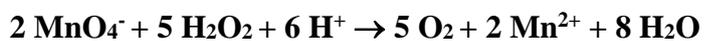


Zur Titration wird eine 0,02 mol/L Kaliumpermanganat-Lösung eingesetzt.

Zum Ansäuern verwendet man Schwefelsäure, da sie durch Permanganat nicht oxidiert wird.

In der Manganometrie kommt man ohne zusätzlichen Indikator aus, der Äquivalenz-Punkt ist erreicht, wenn sich die zu titrierende Lösung ganz schwach rosa färbt.

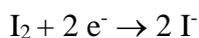
Bestimmung von Wasserstoffperoxid



In der Praxis ist es üblich, die Manganometrie durchzuführen. Iodometrie und Cerimetrie sind Methoden, die sich als Erweiterung eignen:

2.2.2.2 Iodometrie

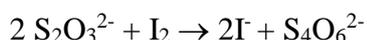
Die Grundlage der Iodometrie ist die umkehrbare Reaktion zwischen elementarem Iod und Iodid-Ionen. Elementares Iod ist ein Oxidationsmittel, Iodid-Ionen wirken als Reduktionsmittel.



Reduzierende Stoffe, beispielsweise Schweflige Säure, Ascorbinsäure und Zinnionen können durch Titration mit einer Iod-Lösung quantitativ bestimmt werden.

Oxidierende Stoffe, beispielsweise Wasserstoffperoxid, reagieren mit angesäuerter Kaliumiodid-Lösung unter Abscheidung von Iod.

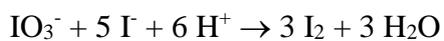
Das gebildete Iod wird durch Titration mit Natriumthiosulfat-Lösung ermittelt. Die Oxidation von Iodid ist eine Zeitreaktion. Aus diesem Grunde ist es erforderlich, die in der Analysenvorschrift angegebene Wartezeit exakt einzuhalten. Da Iod flüchtig und lichtempfindlich ist, muss das Reaktionsgemisch in einem mit Glasstopfen verschlossenen Titrierkolben (Iod-zahl-Kolben) vor Licht geschützt aufbewahrt werden.



Als Indikator für iodometrische Titrations dient Stärkelösung, welche mit Iod eine blau gefärbte Einschlussverbindung bildet, welche nur in kalten Lösungen beständig ist.

Bei der Bestimmung von Reduktionsmitteln durch direkte Titration mit Iod-Lösung wird bis zur Blaufärbung 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. Es empfiehlt sich Zinkiodid-Stärke-Lösung nach DAB 6 einzusetzen, da diese Lösung im Vergleich zu wässriger Stärkelösung jahrelang haltbar ist. 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.



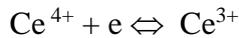
Bestimmung von Wasserstoffperoxid



2.2.2.3 Cerimetrie

2.2.2.3.1 Chemische Grundlagen der Cerimetrie

Cer(IV)-sulfat ist ein Oxidationsmittel.



gelb farblos

Als Redoxindikator verwendet man oft Ferroin, Es ist eine Komplexverbindung aus Eisen(II)-sulfat und 1.10 Phenanthrolin. Diese ist tiefrot gefärbt. Diese Verbindung lässt sich oxidieren, es entsteht der blaue Eisen (III) – Phenanthrolin-Komplex, welcher auch Ferriin genannt wird.

2.2.2.3.2 Vorteile der Cerimetrie

- unbegrenzte Haltbarkeit der Maßlösung
 - im Gegensatz zu Permanganat Titrations auch in Gegenwart von Salzsäure möglich
 - Cer(IV)-sulfat ist starkes Oxidationsmittel, das Standardpotential $\text{Ce}^{3+} / \text{Ce}^{4+}$ beträgt 1,6 V
 - einfacher Reaktionsverlauf
 - geringere Farbintensität als Permanganat, lässt sich in der Spritze besser ablesen
- weiterhin
- 0,1 mol/L Cer(IV) sulfat-Lösung als reizend eingestuft, Schülerexperimente möglich
 - WGK I, Versuchsreste können in kleinen Mengen in den Ausguss gegeben werden

Bestimmung von Wasserstoffperoxid



2.2.3 Fällungstitration

Bei der Fällungstitration 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 Fällungstitrationen:

- möglichst kleines Löslichkeitsprodukt der ausgefallten 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

2.2.3.1 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.

2.2.3.2 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.

2.2.3.3 Einsatz eines Adsorptionsindikators: 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.

3 Arbeitsvorschriften qualitative Nachweisreaktionen

3.1 Anorganische Stoffe

3.1.1 Nachweis von Carbonat-Ionen

1 Tropfen wässrige Probelösung

1 Tropfen Essigsäure oder Salzsäure (10 %)

Gasentwicklung (Aufschäumen)

schwarze Unterlage

3.1.2 Nachweis von Chlorid-Ionen

1 Tropfen wässrige Probelösung

1 Tropfen Salpetersäure

1 Tropfen Silbernitrat-Lösung

weißer Niederschlag

schwarze Unterlage

3.1.3 Modifizierte Durchführung Nachweis von Chlorid, Carbonat, Phosphat

1 Tropfen wässrige Probelösung

1 Tropfen Silbernitrat-Lösung

weißer Niederschlag, kann Carbonat, Phosphat und Chlorid sein

1 Tropfen Salpetersäure

Aufschäumen und Gasentwicklung → Carbonat

Niederschlag löst sich ohne Aufschäumen → Phosphat

Niederschlag bleibt bestehen → Chlorid

schwarze Unterlage

3.1.4 Nachweis von Natrium-Ionen

1 Tropfen wässrige Probelösung

1 Tropfen Methoxyphenyllessigsäure

weißer Niederschlag

schwarze Unterlage

3.1.5 Nachweis von Percarbonat

3.1.5.1 Methode 1: Nachweis mit Kaliumiodid-Stärke-Papier

1 Tropfen wässrige Probelösung

1 Tropfen Schwefelsäure 1 mol/L

ein Stück Kaliumiodid-Stärke-Papier hineingeben

blauschwarze Färbung

weiße Unterlage

3.1.5.2 Methode 2: Nachweis mit Zinkiodid-Stärke-Lösung

1 Tropfen wässrige Probelösung

1 Tropfen Schwefelsäure 1 mol/L

1 Tropfen Zinkiodid-Stärke-Lösung

blauschwarze Färbung

weiße Unterlage

3.1.5.3 Methode 3: Nachweis mit Titanylsulfat-Lösung

1 Tropfen wässrige Probelösung

1 Tropfen Titanylsulfat-Lösung

gelbe Färbung

weiße Unterlage

3.1.6 Nachweis von Phosphat-Ionen

1 Tropfen wässrige Probelösung

1 Tropfen Phosphatreagenz I

1 Tropfen Phosphat-Reagenz II

blaue Färbung,

weiße Unterlage

3.1.7 Nachweis von Silikat-Ionen

1 Tropfen wässrige Probelösung

1 Tropfen Phosphatreagenz I

1 Tropfen Oxalsäure-Lösung 0,5 mol/L

gelbe Färbung,

weiße Unterlage

3.1.8 Nachweis von Sulfat-Ionen

1 Tropfen wässrige Probelösung

1 Tropfen Salzsäure

1 Tropfen Bariumchlorid-Lösung

weißer Niederschlag

schwarze Unterlage

3.2 Organische Stoffe

3.2.1 Nachweis von Cellulose

1 Spatel-Spitze unlöslicher Rückstand

2 Tropfen Zinkchlorid-Iod-Lösung

blauschwarze Färbung,

weiße Unterlage

3.2.2 Nachweis von Stärke

1 Tropfen wässrige Probelösung

2 Tropfen Iod-Kaliumiodid-Lösung,

blauschwarze Färbung,

weiße Unterlage

3.2.3 Nachweis von Nio-Tensiden

1 Tropfen Probelösung

1 Tropfen verdünnte Salzsäure

1 Tropfen Calciumchlorid-Lösung

1 Tropfen Phosphorwolframsäure-Lösung → weißer Niederschlag

schwarze Unterlage

4 Quantitative Bestimmungen

4.1 Natriumcarbonat in Geschirrspültabs

Erforderliche Hilfsmittel:

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

2 mol/L Salzsäure, Mischindikator n. Cooper oder (notfalls) Methylorange-Lösung

Durchführung

Probelösung:

Ein Geschirrspül-Tab in einer Reibschale pulverisieren, im Becherglas mit 50 mL Wasser versetzen, 5 Tropfen Octanol (Schaumbremse) zugeben, quantitativ in einen 100 mL Maßkolben überführen und mit Wasser zu 100 mL auffüllen. Der Inhalt des Maßkolbens nach Zugabe eines Spatel-Löffels Kieselgur durchgeschüttelt und filtriert.

Titration:

- in einen 25 mL Erlenmeyer-Kolben 10 mL Wasser vorlegen
- 1,00 mL Probelösung zugeben
- mit 3 Tropfen Indikator versetzen
- bis zum Farbumschlag mit 2 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 2 mol/L Salzsäure entspricht 100,6 mg Natriumcarbonat (wasserfrei)

4.2 Natriumchlorid-Gehalt im Regenerier-Salz

Erforderliche Hilfsmittel:

25 mL Erlenmeyer-Kolben, 25 mL Pulverflaschen farblos mit Stopfen oder Duran-Laborflaschen mit Schraubverschluss, Tuberkulin-Spritzen, Trichter mit Filter
Regenerier-Salz für Spülmaschinen, Fluorescein-Lösung (0,2 %),
0,1 mol/L Silbernitrat-Lösung, Propanol, Eisenalaun-Lösung, Salpetersäure 2 mol/L
0,1 mol/L Ammoniumthiocyanat-Lösung

Durchführung:

Probелösung:

1,00 g Regenerier-Salz in einer Reibschale pulverisieren, danach im Becherglas in 50 mL Wasser lösen. Nach vollständigem Auflösen wird der Inhalt quantitativ in einen 100 mL Maßkolben überführt und bis zum Eichstrich aufgefüllt.

4.2.1 Verfahren nach Fajans

Titration:

- in einen 25 mL Erlenmeyer-Kolben 10 mL Wasser vorlegen
- 0,50 mL Probелösung 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

4.2.2 Verfahren nach Volhard

Titration:

- in eine Pulverflasche oder Erlenmeyer-Kolben 10 mL Wasser vorlegen
- 0,50 mL Probелösung zugeben
- mit 20 Tropfen Propanol, 5 Tropfen Salpetersäure 2 mol/L 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

4.3 Bleichmittel berechnet als Wasserstoffperoxid

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, Octanol,

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

Iodometrie: 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:

In einem 250 ml Becherglas wird ein Tab (in einer Reibschale gepulvert) mit 25 mL Schwefelsäure 25 % und 5 Tropfen Octanol (Schaumbremse) versetzt. Nach Abklingen der Gasentwicklung wird der Inhalt des Becherglases quantitativ in einen 100 mL Maßkolben überführt und mit Wasser bis zum Eichstrich aufgefüllt, Inhalt des Maßkolbens filtrieren.

4.3.1 Manganometrie

Titration:

- in einen 25 mL Erlenmeyer-Kolben 10 mL Wasser und 20 Tropfen Schwefelsäure vorlegen
- 1,00 mL Filtrat zugeben
- mit Kaliumpermanganat-Lösung bis zur bleibenden Rosafärbung titrieren

4.3.2 Iodometrie

Titration:

- in eine 50 mL Pulverflasche oder Erlenmeyer-Kolben mit Glasstopfen 10 mL Wasser vorlegen
- 1,00 mL Filtrat zugeben
- mit 40 Tropfen Kaliumiodid-Lösung und 20 Tropfen 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

4.3.3 Cerimetrie

Titration:

- in einen 25 mL Erlenmeyer-Kolben 10 mL Wasser vorlegen
- mit 3 Tropfen Indikator (Ferroun-Lösung) und 20 Tropfen Schwefelsäure versetzen
- 1,00 mL Filtrat 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

5 Vorschriften zur Herstellung der Reagenzien

5.1 Reagenzien für die Tüpfelanalytik

5.1.1 Bariumchlorid-Lösung 0,05 mol/L

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

5.1.2 Calciumchlorid – Lösung

7,35 g Calciumchlorid- 2Hydrat werden in destilliertem Wasser gelöst und zu 100 mL aufgefüllt.

5.1.3 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.

5.1.4 Methoxyphenylelessigsäure-Lösung

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

5.1.5 Oxalsäure-Lösung 0,5 mol/L

6,3 g Oxalsäure 2-Hydrat werden in destilliertem Wasser gelöst und zu 100 mL aufgefüllt.

5.1.6 Phosphat-Reagenz

Reagenz 1: 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.

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

5.1.7 Salpetersäure 1 mol/L

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

5.1.8 Salzsäure 10%

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

5.1.9 Schwefelsäure 3 mol/L = 25%

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

5.1.10 Schwefelsäure 1 mol/L

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

5.1.11 Silbernitrat-Lösung (1%)

1 g Silbernitrat wird in destilliertem Wasser gelöst und zu 100 mL aufgefüllt.

Braunglasflasche!

5.1.12 Titanylsulfat-Lösung

15 mg Titanylsulfat werden in 10 mL Schwefelsäure $c = 2 \text{ mol/L}$ gelöst.

5.1.13 Wolframatophosphorsäure-Lösung

2,50 g Wolframatophosphorsäure werden in Wasser gelöst und zu 50 mL aufgefüllt.

5.1.14 Zinkchlorid-Iod-Lösung (Chlor-Zink-Iod) - 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.

5.2 Reagenzien für die Halbmikro-Titration

5.2.1 Ammoniummolybdat-Lösung 10%

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

5.2.2 Ammoniumthiocyanat-Lösung 0,1 mol/L

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

5.2.3 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.

5.2.4 Ferroin-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

5.2.5 Fluorescein-Lösung

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

5.2.6 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.

5.2.7 Maßlösung 0,02 mol/L Kaliumpermanganat-Lösung

Diese Lösung sollte gebrauchsfertig gekauft werden.

5.2.8 Mischindikator nach Cooper

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

100 mg Methylrot und 200 mg Bromkresolgrün werden in 100 mL Ethanol (Brennspiritus) gelöst, bzw. die gleichen Mengen der Natriumsalze in 100 mL Wasser gelöst. Diese Indikatorlösung sollte aufgrund des besser erkennbaren Farbumschlages anstelle von Methylorange eingesetzt werden. Bei älteren Lösungen erfolgt der Farbumschlag von gelb nach blau.

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

5.2.9 Maßlösung 0,1 mol/L Natriumthiosulfat-Lösung

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.

5.2.10 Salpetersäure 2 mol/L:

14,0 mL Salpetersäure (65 %, D = 1,4 g/mL, 15 mol/L) werden mit Wasser zu 100 mL aufgefüllt.

5.2.11 Maßlösung 2 mol/L Salzsäure: GHS 05, Achtung

1 Ampulle 0,1 mol/L Salzsäure wird mit Wasser zu 50 mL aufgefüllt.

5.2.12 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.

5.2.13 Silbernitrat-Lösung 0,1 mol/L

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

5.2.14 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.

5.2.15 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 Jod 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.

6 Protokoll über bisherige Experimente

(Die genannten Produkt- und Herstellerbezeichnungen sind geschützte Marken und Handelsnamen. Kaufdatum der Produkte war September 2016. Da Rezepturen ohne Vorankündigung geändert werden, können Untersuchungen mit später gekauften Produkten zu anderen Ergebnissen führen.)

6.1 Gewicht

Tab Nr.	Bezeichnung	Masse
1	Domol® Geschirr-Reiniger Tabs weiß blau	20,4 g
2	Domol® Geschirr.Reiniger Tabs gelb	18,2 g
3	Ja® Geschirr-Reiniger 12 in 1 Tabs	20,0 g
4	Somat®	18,3 g
5	Priva® Power Tabs	18,3 g
6	Akuta® Geschirrspül-Tabs	19,4 g
7	Ja® Geschirr-Reiniger classic Tabs, phosphatfrei	18,3 g
8	Finish quantum®	18,7 g
8.1	wie 8, weißes Pulver	9,1 g
8.2	wie 8, rote Kammer und Paste	2,2 g
8.3	wie 8, blaue Paste mit Hülle	7,3 g

6.2 Verhalten beim Auflösen

Probe Verhalten

- 1 schäumt über
- 2 Schaumentwicklung
- 3 Schaumentwicklung
- 4 Lösung, blau gefärbt, Schaumentwicklung

- 5 Lösung, grün gefärbt, Schaumentwicklung
- 6 Lösung, grün gefärbt, Schaumentwicklung
- 7 Lösung, farblos
- 8.1 Lösung, farblos, trüb
- 8.2 Lösung, rosa gefärbt Lösung
- 8.3 Lösung, blau gefärbt

6.3 Ergebnisse der qualitativen Untersuchungen

Sämtliche qualitative Nachweisreaktionen erfolgten im Filtrat des wässrigen Auszuges, dieses war teilweise noch trüb. Zusätzlich wurde das Filtrat mit Kieselgur versetzt, geschüttelt und filtriert. Die Trübung war bedeutend geringer (Kieselgur-Filtrat).

Nachweis von Natrium

Die Filtrate wurden auf dem Tüpfelraster mit Methoxyphenylelessigsäure versetzt und mit einem Glas-Stab verrieben, um die Kristallisation anzuregen.

Kieselgur-Filtrat

positiv: Proben 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8.1

normales Filtrat

positiv: Proben 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8.1

Nachweis von Carbonat

Der Nachweis erfolgte durch Zugabe eines Tropfens Salzsäure (10 %) zu einem Tropfen Filtrat bzw. Kieselgur-Filtrat

Kieselgur-Filtrat

positiv: Proben 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8.1 negativ: Proben 8.2 und 8.3

normales Filtrat

positiv: Proben 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8.1 negativ: Proben 8.2 und 8.3

Nachweis von Sulfat

Die Proben wurden mit Bariumchlorid-Lösung und anschließend mit Salzsäure versetzt.

Kieselgur-Filtrat

negativ: Proben 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8.1

normales Filtrat

negativ: Proben 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8.1

Nachweis von Chlorid

Die Proben wurden zunächst mit Silbernitrat-Lösung und danach mit Salpetersäure versetzt. Zunächst entstand ein Niederschlag, welcher sich nach Zusatz von Salpetersäure wieder löste

Kieselgur-Filtrat

negativ: Proben 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8.1

normales Filtrat

negativ: Proben 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8.1

Nachweis von Silikat

1 Tropfen Filtrat bzw. Kieselgur-Filtrat wurde mit 1 Tropfen Phosphat-Reagenz I und 1 Tropfen Oxalsäure-Lösung versetzt. Eine positive Reaktion ist an einer Gelbfärbung erkennbar.

Kieselgur-Filtrat

positiv: Proben 1, 3, 4, 8.1 negativ: Proben 2, 5, 6, 8.2 und 8.3

normales Filtrat

positiv: Proben 1, 3, 4, 8.1 negativ: Proben 2, 5, 6, 8.2 und 8.3

Nachweis von Phosphat

1 Tropfen Filtrat bzw. Kieselgur-Filtrat wurde mit 1 Tropfen Phosphat-Reagenz I und 1 Tropfen Phosphat Reagenz II versetzt. Eine positive Reaktion ist an einer Blaufärbung erkennbar.

Kieselgur-Filtrat

positiv: Proben 2, 4, 5, 6, schwach positiv: Proben 3, 7 negativ: Proben 1, 8.1, 8.2 und 8.3

normales Filtrat

positiv: Proben 2, 3, 4, 5, 6, schwach positiv: Proben 1, 7, negativ: Proben 8.1, 8.2 und 8.3

Nachweis von nichtionischen Tensiden

1 Tropfen Filtrat bzw. Kieselgur-Filtrat wurde mit 1 Tropfen Salzsäure, 1 Tropfen Calciumchlorid-Lösung und 1 Tropfen Wolframatophosphorsäure-Lösung versetzt. Eine positive Reaktion ist an der Bildung eines weißen Niederschlages erkennbar.

Kieselgur-Filtrat

positiv: Proben 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8.1, 8.2 und 8.3

normales Filtrat

positiv: Proben 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8.1, 8.2 und 8.3

Nachweis der alkalischen Reaktion

1 Tropfen Filtrat bzw. Kieselgur-Filtrat wurde mit 1 Tropfen Universalindikator nach Mc Crumb versetzt

Kieselgur-Filtrat

Blaufärbung (pH 10) Proben 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8.1,

Gelbfärbung (pH 6) Probe 8.2, Orangefärbung (pH 5) Probe 8.3

normales Filtrat

Blaufärbung (pH 10) Proben 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8.1,

Gelbfärbung (pH 6) Probe 8.2, Orangefärbung (pH 5) Probe 8.3

Nachweis von Percarbonat

Methode 1: Nachweis mit Kaliumiodid-Stärke-Papier

1 Tropfen Filtrat bzw. Kieselgur-Filtrat wurde mit 1 Tropfen Schwefelsäure 1 mol/L versetzt und ein Stück Kaliumiodid-Stärke-Papier hineingegeben. Eine positive Reaktion ist an einer blauschwarzen Färbung des Indikatorpapiers erkennbar.

Kieselgur-Filtrat

positiv: Proben 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8.1 negativ: Proben 8.2 und 8.3

normales Filtrat

positiv: Proben 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8.1 negativ: Proben 8.2 und 8.3

Methode 2: Nachweis mit Zinkiodid-Stärke-Lösung

1 Tropfen Filtrat bzw. Kieselgur-Filtrat wurde mit 1 Tropfen Schwefelsäure 1 mol/L und 1 Tropfen Zinkiodid-Stärke-Lösung versetzt. Eine positive Reaktion ist an einer blauschwarzen Färbung erkennbar.

Kieselgur-Filtrat

positiv: Proben 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8.1 negativ: Proben 8.2 und 8.3

normales Filtrat

positiv: Proben 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8.1 negativ: Proben 8.2 und 8.3

Methode 3: Nachweis mit Titanylsulfat-Lösung

1 Tropfen Filtrat bzw. Kieselgur-Filtrat wurde mit 1 Tropfen Titanylsulfat-Lösung versetzt. Eine positive Reaktion ist an einer Gelbfärbung erkennbar.

Kieselgur-Filtrat

positiv: Proben 1, 3, 4, 8.1, schwach positiv: Proben 5, 6, 7 negativ: Proben 2, 8.2 und 8.3

normales Filtrat

positiv: Proben 1, 3, 4, 8.1, negativ: Proben 2, 5, 6, 7, 8.2 und 8.3

6.4 Ergebnisse der quantitativen Bestimmungen

Bestimmung des Gehaltes an Natriumchlorid im Regenerier-Salz

Die Bestimmung erfolgte nach Fajans und Volhard nach den angegebenen Vorschriften. Zum Vergleich wurde auch die Titration nach Mohr (mit Kaliumchromat) durchgeführt

Methode nach Mohr:

Verbrauch an 0,1 mol/L Silbernitrat-Lösung: 0,80 mL, 0,81 mL, 0,82 mL

Methode nach Fajans:

Verbrauch an 0,1 mol/L Silbernitrat-Lösung: 0,82 mL, 0,80 mL, 0,80 mL

Methode nach Volhard:

Verbrauch an 0,1 mol/L Ammoniumthiocyanat-Lösung: 0,18 mL, 0,17, mL, 0,18 mL

Bestimmung des Natriumcarbonat-Gehaltes

Die Bestimmung wurde mit 1 mL Filtrat (wässrige Lösung) durchgeführt. Titriert wurde mit 2 mol/L Salzsäure, um den Verbrauch möglichst unter dem Fassungsvermögen der Tuberkulin-Spritze (1 mL) zu halten.

Probe Verbrauch in mL an Salzsäure 2 mol/L

1	0,67,	0,68	
2	0,91,	0,93,	0,95
3	0,65,	0,63,	0,64
4	0,59,	0,60,	0,60
5	0,79,	0,83,	0,80
6	0,76,	0,75,	0,75
7	0,96,	1,00,	1,00
8.1	0,70,	0,68,	0,70

Bestimmung des Bleichmittelgehaltes

Zunächst wurde 1 mL wässriges Filtrat mit 10 mL Wasser und 25 Tropfen Schwefelsäure 25 % versetzt und mit 0,02 mol/L Kaliumpermanganat-Lösung bis zum Farbumschlag titriert.

Probe Verbrauch in mL an Kaliumpermanganat-Lösung 0,02 mol/L

1	0,66,	0,65,	0,66
2	0,20,	0,10,	0,10
3	0,52,	0,53,	0,52
4	0,90,	0,88,	0,90
5	0,16,	0,12,	0,12
6	0,20,	0,22,	0,20
7	0,15,	0,13,	0,12
8.1	0,82,	0,76,	0,73

In Rücksprache mit dem Labor des Waschmittelwerkes Prettin war zu erfahren, dass zur Percarbonat-Bestimmung die Probe in Schwefelsäure gelöst werden muss. Aus diesem Grunde wurde die Analysenvorschrift modifiziert.

6.5 Bestimmung des Bleichmittelgehaltes in schwefelsaurer Probelösung

Manganometrische Bestimmung

1,00 mL Filtrat, 10 mL Wasser, 20 Tropfen Schwefelsäure, mit Kaliumpermanganat titrieren

Probe Verbrauch in mL an Kaliumpermanganat-Lösung 0,02 mol/L

1	0,52,	0,57,	0,52
2	4,00,	3,80,	3,78
3	2,42,	2,35,	2,35
4	2,85	2,92,	2,92
5	0,70,	0,67,	0,66
6	4,52,	4,45,	4,48
7	1,00,	1,00,	0,96
8.1	4,12,	4,10,	4,08

Cerimetrische Bestimmung

1,00 mL Filtrat, 10 mL Wasser, 20 Tropfen Schwefelsäure, 3 Tropfen Ferroin mit Cer(IV)nitrat-Lösung titrieren

Probe Verbrauch in mL an Cer(IV)nitrat-Lösung 0,1 mol/L

1	0,40,	0,35,	0,32
2	3,90,	3,90,	3,85
3	2,60,	2,40,	2,40
4	3,18,	3,21,	3,10
5	0,65,	0,67,	0,65
6	4,50,	4,55,	4,60
7	0,50,	0,45,	0,40
8.1	4,00,	3,85,	3,85

Iodometrische Bestimmung

1,00 mL Filtrat, 10 mL Wasser, 20 Tropfen Schwefelsäure 25 %, 3 Tropfen Ammoniummolybdat-Lösung, 2 mL Kaliumiodid-Lösung, 30 min inkubieren, mit Natriumthiosulfat-Lösung titrieren

Probe Verbrauch in mL an Natriumthiosulfat-Lösung 0,1 mol/L

1	0,18,	0,12,	0,12
2	3,70,	3,85,	3,78
3	2,20,	2,30,	2,27
4	3,10,	3,00,	2,95
5	0,52,	0,50,	0,50
6	4,55,	4,50,	4,48
7	0,30,	0,30,	0,30
8.1	3,60,	3,78,	3,82

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., Rätze, Cl., Laborpraxis für Chemieberufe

1987, Leipzig, VEB Deutscher Verlag für Grundstoffindustrie

Gerdas, 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.
Titrationsen im Halbmikromaßstab
MNU – Der mathematisch – naturwissenschaftliche Unterricht Jg. 58 (2005) Heft 8 487 – 488

Proske, W., Venke, S., Halbmikrotitrationsen (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, 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 ChidS 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 Maßanalyse
1902, Leipzig, Verlag von Arthur Felix

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

Hinweis

Zu diesem Heftchen gibt es ein Poster, das auf dem 108. MNU-Bundeskongress in Garching bei München präsentiert wurde.

Es ist unter DOI: [10.13140/RG.2.2.20416.99843](https://doi.org/10.13140/RG.2.2.20416.99843) herunterzuladen.