**So auch Supplement VII (23.09.2017)**

**Schulchemiezentrum**

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

**Bahnhofstr. 18, 06895 Zahna - Elster**

**Tel: 034924 / 20648,**

**Fax: 034924 / 20011**

**wolfgang\_proske@ web.de**

**So geht es auch,**

**erprobte Alternativen zur Substitution ausgewählter Gefahrstoffe im Chemieunterricht**

**Supplement VII 23. September 2017**

**Neue Ideen für den experimentellen Chemieunterricht**

**Einleitung**

**Konkrete Probleme und Lösungswege**

Radikalische Substitution von Heptan im geschlossenen System im Microscale-Maßstab

Eiweißnachweise mit geringerem Gefährdungspotenzial

Redoxchemie des Cysteins

Zellkulturplatten als Alternative zu Reagenzgläsern für Demonstrationsexperimente

Nasen-Zerstäuber, eine Alternative zum Magnesia-Stäbchen für die Flammenfärbung

**Herstellungsvorschriften für die Reagenzien**

**Literaturverzeichnis**

**Einleitung**

Im siebenten Teil werden wieder neu entwickelte Alternativen zu klassischen Experimenten vorgestellt. Aus der älteren Literatur bekannte Experimente wurden optimiert und den heutigen Rahmenbedingungen adaptiert. Dabei wurde hier bewusst vor allen auch auf Literaturstellen außerhalb der Chemiedidaktik zurückgegriffen. Vorschriften, die im klinischen Labor und in der Pharmazie Verwendung finden wurden für den Chemieunterricht adaptiert und modifiziert. Ziel war und ist immer wieder die **erprobte** Substitution von Gefahrstoffen bzw. die Minimierung von Gefährdungspotenzialen.

Für den Chemieunterricht ist es immer relevant, den Aufwand an Zeit zu optimieren. Auch eine Verringerung der Menge und Konzentration der Edukte und deren Konzentration bedingt oftmals auch eine Minimierung des Gefährdungspotenzials und der Kosten.

**Konkrete Probleme und Lösungswege**

In der folgenden Übersicht sind wieder Möglichkeiten für Experimente aufgeführt, die in letzter Zeit bearbeitet wurden. In die Sammlung werden solche Experimente aufgenommen, die für den experimentellen Unterricht relevant sind.

Folgende Schwerpunkte werden im Teil VII abgehandelt:

• Radikalische Substitution von Heptan im geschlossenen System im Microscale-Maßstab

• Eiweißnachweise mit geringerem Gefährdungspotenzial

• Redoxchemie des Cysteins

• Zellkulturplatten als Alternative zu Reagenzgläsern für Demonstrationsexperimente

• Nasen-Zerstäuber, eine Alternative zum Magnesia-Stäbchen für die Flammenfärbung

**Radikalische Substitution von Heptan im geschlossenen System im Microscale-Maßstab**

**Chemische Grundlagen:**

Die radikalische Substitution von Alkanen ist ein etabliertes Experiment im Chemieunterricht.

Die früher beschriebene Methode im Makromaßstab wurde modifiziert. Zum Ansäuern der Bromat-Bromid-Lösung wird jetzt Kaliumhydrogensulfat eingesetzt. Diese Substanz besitzt ein geringeres Gefahrenpotenzial als konzentrierte Schwefelsäure. Die Extraktion des gebildeten Broms in die organische Phase erfolgt in 20 ml Flaschen mit durchstechbarer Septum-Schraubkappe (siehe Bezugsquelle). Mittels Spritze wird die organische Phase entnommen und in einem Schnappdeckelglas bestrahlt. Zum Bestrahlen eignet sich auch eine LED – Taschenlampe. Der Nachweis des gebildeten Bromwasserstoffs ist möglich als Ammoniumbromid-Rauch, wenn an das geöffnete Schnappdeckelglas ein Tropfen konzentrierte Ammoniak-Lösung gebracht wird. Wenn im Schnappdeckelglas zur Brom—Heptan Lösung etwas Wasser vor dem Bestrahlen gegeben wird, lassen sich in der wässrigen Phase Bromid-Ionen und auch die saure Reaktion mit einem pH-Indikator nachweisen.

Bromwasser entsteht durch Ansäuern von Bromat-Bromid-Lösung mit festem Kaliumhydrogensulfat.

NaBrO3 + 5 NaBr + 3 H2SO4 → 3Br2 +3 H2 O + 3 Na2SO4

Alle Reste aus den Septum- Flaschen werden unter dem Abzug in einen Scheidetrichter passender Größe eingefüllt. Die Phasentrennung wird abgewartet. Die wässrige Phase wird abgelassen und tropfenweise unter Umschütteln mit Natriunthiosulfat-Lösung versetzt bis sie gerade entfärbt ist und **sofort** (Abscheidung von Schwefel) in den Ausguss gegeben, gut nachspülen. ***Reste der organischen Phase in Abfallkanister „organische Reste halogeniert“***

4 Br2 + Na2S2O3 + 5 H2O → H2SO4 + Na2SO4 + 8 HBr

**erforderliche Hilfsmittel:**

Overhead-Projektor, Septum-Flaschen farblos 20 ml, LED- Taschenlampe, Schnappdeckelgläser, Injektionsspritzen und Kanülen (1,2 x 40 mm), Scheidetrichter, Erlenmeyer-Kolben, Tüpfelraster, Tropfpipette aus Kunststoff

Bromat- Bromidlösung Tropfflasche mit gesättigter Natriumthiosulfat-Lösung, Kaliumhydrogensulfat, Heptan, Bromthymolblau-Lösung, Silbernitrat-Lösung 1 %, konzentrierte Ammoniaklösung in Augentropfen-Flasche,

**Durchführung:**

● 8 ml Bromat-Bromid-Lösung in die Flasche einfüllen

● 8 ml Heptan zugeben

● eine reichliche Spatel-Spitze Kaliumhydrogensulfat zugeben

● Flasche mit Schraubkappe verschließen und solange schütteln, bis das

 Kaliumhydrogensulfat gelöst ist und sich die organische Phase kräftig braun gefärbt ist

● organische Phase mit Kanüle und Spritze durch das Septum entnehmen

● organische Phase in 2 Schnappdeckelgläser aufteilen

● in ein Schnappdeckelglas 2 cm hoch Wasser einfüllen

● beide Schnappdeckelgläser mit LED-Taschenlampe bestrahlen, bis Inhalt farblos ist

● Schnappdeckelglas ohne Wasserzusatz vorsichtig öffnen und Öffnung der Tropfflasche

 mit Ammoniak-Lösung ah die Öffnung des Schnappdeckelglases halten

● Schnappdeckelglas mit Wasser: Sauger der Tropfpipette zusammendrücken

 und in die wässrige Phase halten, dadurch wird die wässrige Phase aufgezogen

● wässrige Phase auf je ein weißes und schwarzes Feld des Tüpfelrasters tropfen

● auf das weiße Feld 1 Tropfen Bromthymolblau-Lösung geben

● auf das schwarze Feld 1 Tropfen Silbernitrat-Lösung geben

**Bezugsquellen Septum-Flaschen:**

CS Chromatographie-Service GmbH

Am Parir 27 / Gewerbegebiet 52379 Langerwehe Tel: 02423 / 404930

[www.cs-chromatographie.de](http://www.cs-chromatographie.de), info@cs-chromatographie.de

Artikelnummer, Bezeichnung:

300150 Flasche G20, klar/HS

300340 Schraubkappe G 18-L/HS inkl. Dichtscheibe

Abpackungen je 100 Stück Preis ca. 45 Euro (Flasche und Schraubkappe)

**Eiweißnachweise mit geringerem Gefährdungspotenzial**

In der folgenden Übersicht wird eine bisher in der Schulpraxis nicht bekannte Nachweisreaktion vorgestellt. Sie wird in Harnteststreifen eingesetzt, um geringe Konzentrationen von Eiweiß im Urin nachzuweisen. Dies ist für die Diagnostik von Erkrankungen der Niere und ableitenden Harnwegen erforderlich. Danach wird eine modifizierte Biuret- Reaktion vorgestellt, welche zur Bestimmung der Gesamteiweiß-Konzentration im Serum im klinischen Labor üblich ist. Vor allem in der Tüpfelanalyse ist das Ergebnis gut erkennbar. Die Lösung ist leicht türkis gefärbt, die positive Reaktion zeigt einen Farbumschlag nach blauviolett.

**Protein-Nachweis**

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

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

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

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

Bei einem pH- Wert von 3,0 liegen Albumine in protonisierter Form vor. Diese reagieren mit dem Anion des Bromphenolblaus, es entstehen Salze. Die Intensität der grünen Mischfarbe ist von der Proteinkonzentration abhängig. Die zu untersuchende Probe wird mit einer Pufferlösung von pH 3 versetzt. Bei diesem pH-Wert liegt das Albumin protonisiert vor, das heißt an die Aminogruppe ist das Hydronium-Ion (NH3+) gebunden. Diese reagiert mit dem Indikator-Anion unter Bildung eines Komplexes.

Bromphenolblau

H-Ind → H+ + Ind -

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

R – NH3 + + Ind-  → Blaugrünes Salz

***Modifizierte Methode nach Weichselbaum***

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

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

 **erforderliche Hilfsmittel:**

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

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

**Durchführung:**

***Herstellung der Reagenzlösung:***

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

• tropfenweise Bromphenolblau-Lösung bis zur kräftigen Gelbfärbung zugeben

• mit Wasser zu 100 ml auffüllen

***Probematerial:***

Milch, Eiklar, Quark, Joghurt, Gelatine

***Eiweiß-Nachweis im Reagenzglas:***

• 5 ml Reagenzlösung in ein Reagenzglas geben

• zu untersuchende Lebensmittel zugeben

***Tüpfeltechnik:***

**weiße Unterlage**

1 Tropfen Reagenzlösung

1 Tropfen Probe oder eine streichholzkopfgroße Menge Quark oder Joghurt

 (Farbumschlag von gelb nach blau)

**Beobachtung**

Farbumschlag von gelb nach grün bis blau

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

 **erforderliche Hilfsmittel:**

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

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

**Durchführung:**

***Herstellung der Reagenzlösung:***

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

• für Tüpfelanalytik werden 2,5 ml Biuret RL mit 10 ml Kaliumiodid- RL gemischt

***Eiweiß-Nachweis im Reagenzglas:***

• 5 ml Reagenzlösung in ein Reagenzglas geben

• zu untersuchende Lebensmittel zugeben

***Eiweißnachweis mittels Tüpfeltechnik:***

**weiße Unterlage**

1 Tropfen Reagenzlösung

1 Tropfen Probe oder eine streichholzkopfgroße Menge Quark oder Joghurt

**Beobachtung**

Farbumschlag von hellblau nach violett

**Redoxchemie des Cysteins**

Die in der CLB erschienene Arbeit zu diesem Thema inspirierte mich, diese Problematik für die Schule zu modifizieren. Die zugrunde liegenden chemischen Vorgänge haben einen hohen Alltagsbezug. Dieser findet sich bei der Dauerwelle beim Friseur. Das Prinzip ist folgendes:

Die Proteinstrukturen des Keratins im Haar sind über Disulfid-Brücken miteinander verbunden, eine Ursache für die Festigkeit. Durch Einwirkung eines basischen Reduktionsmittels (Amminiumthioglycolat) werden die Disulfid-Brücken gelockert, in dem such Wasserstoff-Ionen an die Schwefelatome der Brückenbindung anlagern. Die Brücken öffnen sich und damit wird das Haar verformbar. Die chemische Grundlage ist die Reduktion (Anlagerung von Wasserstoff). Die Haare werden durch Lockenwickler in die gewünschte Form gebracht, die allerdings nicht stabil ist. Die Fixierung der neuen Frisur erfolgt mit Wasserstoffperoxid. Der beim Kontakt mit der alkalischen Dauerwell-Flüssigkeit entstehende Sauerstoff oxidiert die an den Brücken abgelagerten Wasserstoff-Atome zu Wasser. In den Keratin-Molekülen bilden sich wieder die Disulfid-Brücken. Dadurch erhält das Haar seine gewünschte Form. Durch die Behandlung mit Wasserstoffperoxid werden auch die verbleibenden Reste der reduzierend wirkenden Dauerwell-Flüssigkeit oxidiert und damit inaktiviert. Ammoniunthioglycolat und Thioglycolsäure (SH- CH2 – COOH) sind giftige, ätzende und äußerst penetrant riechende Stoffe. Schon aus Gründen der Geruchsbelästigung sind Experimente mit diesen Stoffen in der Schule nicht zu empfehlen.

Um die zugrunde liegenden chemischen Sachverhalte zu thematisieren, wurden

Cystein (2 - Amino 3 - mercaptopropionsäure) und Cystin als Modellsubstanzen ausgewählt.

***Vorgesehene Experimente:***

• Löslichkeit von Cystein und Cystin in Wasser

• Verhalten von Cystein und Cystin gegenüber Oxidationsmitteln

• Modellexperiment zur Atmungskette nach Baumann

• Nachweis von Cystein Identitätsprobe nach dem Europäischen Arzneibuch

• Nachweis von Cystin Identitätsprobe noch dem europäischen Arzneibuch

• Reduktion von Cystin durch reduzierenden Wasserstoff/ Nachweis des gebildeten Cysteins

• Oxidation von Cystein zu Cystin

• Gehaltsbestimmung von Cystein-Hydrochlorid

• Gehaltsbestimmung von Cystin

**Chemische Grundlagen:**

X

**erforderliche Hilfsmittel:**

X

**Durchführung:**

x

**Löslichkeit von Cystein und Cystin in Wasser**

**Chemische Grundlagen:**

 Cystein ist in Wasser relativ begrenzt löslich (160 g/l), Cystin ist praktisch unlöslich in Wasser. Das Cystein-Hydrochlorid ist in Wasser besser löslich (650 g/l). Durch Zusatz von Salzsäure kann man das Cystein in das besser lösliche Hydrochlorid überführen. Das wasserunlösliche Cystin kann man mit Natronlauge in das wasserlösliche Natriumsalz des Cystins überführen.

**erforderliche Hilfsmittel:**

Reagenzgläser, Cystein, Cystin, Natronlauge 1 mol/l, Salzsäure 10 %

**Durchführung:**

• je ein reichlicher Spatel Cystein bzw. Cystin in ein Reagenzglas geben

• 5 ml Wasser dazu geben und kräftig schütteln

• in das Reagenzglas mit Cystein tropfenweise unter Umschütteln Salzsäure geben

• in das Reagenzglas mit Cystin tropfenweise unter Umschütteln Natronlauge geben

**Verhalten von Cystein und Cystin gegenüber Oxidationsmitteln**

**Chemische Grundlagen:**

Cystein (2 - Amino 3 - mercaptopropionsäure) lässt sich durch milde Oxidationsmittel zu

Cystin (3,3‘ Dithiobis( 2-aminopropionsäure) oxidieren

 COOH COOH COOH

 I I I

H – C – CH2 – S – H ========== H – C – CH2 – S – S – CH2 – C – H

 I I I

 NH2 NH2 NH2

**Cystein Cystin**

***Als oxidierende Reagenzien werden eingesetzt:***

• Iod-Lösung,

• schwefelsaure Kaliumpermanganat-Lösung

• Molybdatophosphorsäure-Lösung

• Harnsäure-Reagenz nach Folin-Denis

• Phenol-Reagenz nach Folin-Ciocalteau

Cystein reduziert Iod-Lösung zum Iodid, schwefelsaure Kaliumpermanganat-Lösung zum zweiwertigen Mangan (Mn 2+ - Ionen). Das Ergebnis ist die Entfärbung der braunen bzw. violetten Lösung.

Cystin besitzt ein schwächeres reduzierendes Potential. Lediglich schwefelsaure Kaliumpermanganat-Lösung wird zum vierwertigen Mangan (Mn4+ - Ionen reduziert)

Es findet ein Farbumschlag von violett nach braun statt.

Das unterschiedliche Reduktionsverhalten ist auch die Grundlage für die Gehaltsbestimmung.

Durch Reduktionsmittel lassen sich die folgenden drei Reagenzien zu farbigen Verbindungen reduzieren. Das Ammoniumsalz der Molydatophosphorsäure entsteht als gelber Niederschlag beim Nachweis von Phosphat-Ionen mit Ammoniummolybdat. Dieses Reagenz lässt sich durch reduzierende Stoffe zum Molybdänblau (Gemisch verschiedener Oxide des Molybdäns) reduzieren. Dieses Reagenz zeigt kleinste Mengen reduzierender Substanzen (unspezifisch) an und wird vor allem in der Dünnschichtchromatografie zur Detektion verwendet. Das Harnsäure-Reagenz nach Folin-Denis wurde früher zur Bestimmung der Harnsäure-Konzentration im Blutserum zur Diagnostik von Gicht eingesetzt. Harnsäure, aber auch andere reduzierende Substanzen reduzieren das Molybdatophosphat zum Molybdänblau, dessen Intensität photometrisch gemessen wird. Das Phenol- Reagenz nach Folin-Ciocalteau, die Wolframatophosphat und Molybdatophosphat enthält. Dieses hochempfindliche Reagenz wird durch reduzierende Verbindungen zu einem blauen Farbkomplex reduziert. Dieses Reagenz wird vor allem zur Bestimmung geringster Proteinkonzentrationen eingesetzt (Methode nach Lowry). Diese Reagenzlösung, im Pharm. Eur. als Molybdat-Wolframat-Reagenz R bezeichnet, ist eine zitronengelbe Flüssigkeit, die mit reduzierenden Verbindungen eine grüne bis blaue Färbung ergibt. Im Skript sind alle erprobten Varianten beschrieben, vor allen auch um der unterschiedlichen Ausstattung der Schulen Rechnung zu tragen.

**erforderliche Hilfsmittel:**

Reagenzgläser, Tüpfelraster

Cystein-Hydrochlorid, Cystin, Kaliumpermanganat-Lösung 0,02 mol/l, Schwefelsäure 25 %. Iod-Lösung 0,05 mol/l, Molybdatophosphorsäure 5 %. Harnsäure – Reagenz nach Folin-Denis, Natriumcarbonat-Lösung 10 %, Phenol-Reagenz nach Folin-Ciocalteau

**Durchführung:**

***Reagenzglas-Variante:***

***Reaktion mit Iod***

in 2 Reagenzgläser je 2 ml Iod-Lösung einfüllen, in das erste Reagenzglas eine Spatel-Spitze Cystein-Hydrochlorid, in das zweite Reagenzglas eine Spatel-Spitze Cystin geben

***Reaktion mit schwefelsaurer Kaliumpermanganat-Lösung***

in 2 Reagenzgläser je 1 ml Kaliumpermanganat-Lösung und Schwefelsäure geben, in das erste Reagenzglas eine Spatel-Spitze Cystein-Hydrochlorid, in das zweite Reagenzglas eine Spatel-Spitze Cystein

***Reaktion mit Molybdatophosphorsäure\_***

in 2 Reagenzgläsern je 2 ml Molybdatophosphorsäure-Lösung vorlegen, in das erste Reagenzglas eine Spatel-Spitze Cystein.-Hydrochlorid, in das zweite Reagenzglas eine Spatel-Spitze Cystin

***Reaktion mit Harnsäure-Reagenz nach Folin-Denis***

in zwei Reagenzgläser je 2 ml Wasser vorlegen und mit einen Spatel-Spitze Cystein-Hydrochlorid bzw. Cystin geben, 10 Tropfen Harnsäure-Reagenz und 20 Tropfen Natriumcarbonat-Lösung zugeben

***Reaktion mit Phenol-Reagenz nach Folin-Ciocalteau:***

in zwei Reagenzgläser je 2 ml Wasser vorlegen und mit einen Spatel-Spitze Cystein-Hydrochlorid bzw. Cystin geben, 10 Tropfen Phenol-Reagenz zugeben

***Tüpfeltechnik-Variante:***

***Vorbereitung: 1 Spatel-Spitze Cystein-Hydrochlorid in 2 ml Wasser lösen bzw. einen Spatel-Spitze Cystin in 2 ml Wasser suspendieren***

***In allen Fällen auf der weißen Unterlage des Tüpfelrasters arbeiten!***

***Reaktion mit Iod***

1 Tropfen Iod-Lösung, (2x auftropfen)

auf erste Feld 1 Tropfen Cystein, auf das zweite Feld 1 Tropfen Cystin

***Reaktion mit schwefelsaurer Kaliumpermanganat-Lösung***

1 Tropfen Kaliumpermanganat-Lösung, 1 Tropfen Schwefelsäure (2x auftropfen)

auf erste Feld 1 Tropfen Cystein, auf das zweite Feld 1 Tropfen Cystin

***Reaktion mit Molybdatophosphorsäure:***

1 Tropfen Molybdatophosphorsäure-Lösung, (2x auftropfen)

auf erste Feld 1 Tropfen Cystein, auf das zweite Feld 1 Tropfen Cystin

***Reaktion mit Harnsäure-Reagenz nach Folin-Denis***

1 Tropfen Cystein-Lösung bzw. Cystin tropfen,

auf beide Felder je 1 Tropfen Harnsäure-Reagenz und Natriumcarbonat-Lösung tropfen

***Reaktion mit Phenol-Reagenz nach Folin-Ciocalteau:***

1 Tropfen Cystein-Lösung bzw. Cystin tropfen,

auf beide Felder je 1 Tropfen Phenol-Reagenz tropfen

**Modellexperiment zur Atmungskette nach Baumann**

**Chemische Grundlagen:**

Dieser Modellversuch simuliert die Atmungskette.

Dieses Redoxsystem besteht aus drei Redoxpaaren:

a) Oxidation von Cystein zu Cystin

 2 Cys - SH ↔ Cys - S - S - Cys + 2 H+  + 2 e- E° = + 0,08 V

b) Elektronenübertragung via Eisenionen

 2 Fe2+ ↔ 2 Fe3+ + 2 e- E° = 2 (+ 0,77 V)

c) Reduktion des molekularen Sauerstoff’s

 [O] + 2 e- ↔ O2- E° = + 1,23 V

Das Fe 2+ / Fe 3+ - System entspricht in vivo der Cytochromoxidase.

Eisen (III)chlorid bildet mit Cystein einen violetten Farbkomplex, der Fe 2+ - Cystein-Komplex ist farblos. Die Oxidation des Cysteins zu Cystin entspricht der Reduktion des molekularen Sauerstoffs. Im Kolben befindet sich Luftsauerstoff. Zweiwertiges Eisen wird zum dreiwertigen Eisen oxidiert. Wenn der Kolben mit dem farblosen Reaktionsgemisch geschüttelt wird, tritt eine violette Färbung auf. Nach einiger Zeit ist das Cystein irreversibel zu Cystin oxidiert. Dieses ist in Wasser schwer löslich und fällt daher als Niederschlag aus.

**Recycling / Entsorgung:**

Die Versuchsreste können nach dem Verdünnen mit Wasser in den Ausguss gegeben werden.

**erforderliche Hilfsmittel:**

100 ml Erlenmeyer-Kolben mit passenden Stopfen, Messzylinder 50 ml

Cystein-Hydrochlorid, Natriumhydrogencarbonat, 1 mol/l Eisen(III)chlorid-Lösung

**Durchführung:**

• 50 ml destilliertes Wasser im Erlenmeyer-Kolben vorlegen

• 2,1 g Natriumhydrogencarbonat darin lösen

• ein reichlicher Spatel Cystein -Hydrochlorid darin auflösen

• bis zur kräftigen violetten Färbung tropfenweise Eisen (III)chlorid-Lösung zugeben.

• Danach bleibt der Kolben mit Stopfen verschließen und stehen lassen

• ist das Reaktionsgemisch farblos, kräftig schütteln

**Nachweis von Cystein,**

**Identitätsprobe nach dem Europäischen Arzneibuch**

**Chemische Grundlagen:**

Natriumnitroprussid (Dinatriumpentacyanonitrosyoferrat (II) gibt mit Sulfid-Ionen einen violetten Farbkomplex. Das Reagenz Natrium – Nitroprussid ist giftig

( Totenkopf = akute Toxizität nach GHS). In der Literatur war angegeben, das die wässrige Lösung wegen der geringen Haltbarkeit immer frisch anzusetzen ist, die Verreibung mit wasserfreien Natriumcarbonat und Ammoniumsulfat dagegen unbegrenzt haltbar ist. Aufgrund der geringen Konzentration von Natrium-Nitroprussid (0,25 %) kommt die akute Toxizität der Substanz nicht mehr zum Tragen. Natrium- Nitroprussid (Dinatriumpentacyanonitrosylferrat) reagiert mit Sulfid-Ionen und Thiol-Verbindungen, es entsteht ein sofort ein blauvioletter Farbkomplex.

[Fe(CN)5NO] 2- + S 2 - → [Fe(CN)5NOS] 4-

Dieser Komplex ist in stark alkalischer Lösung nicht beständig, bzw. werden durch die Hydroxid- Ionen verhindert, da hier ein beständigeres Natriumpentacyanonitritoferrat (II) gebildet wird.

[Fe(CN)5NO ] 2- + 2 OH - → [Fe(CN)5NO2] 4- + H2O

***Sulfid – Ionen:***

Farbumschlag nach blauviolett, entsteht sofort, Farbänderungen über braun nach grün

**erforderliche Hilfsmittel:**

Reagenzgläser, Tüpfelraster

Cystein-Hydrochlorid, Cystin, „Aceton-Reagenz“ = Dinatriumpentacyanonitrosylferrat RM

**Durchführung:**

***Reagenzglas-Variante:***

in 2 Reagenzgläser je 2 ml Wasser einfüllen, in das erste Reagenzglas eine Spatel-Spitze Cystein-Hydrochlorid, in das zweite Reagenzglas eine Spatel-Spitze Cystin geben, anschließend mit einem Spatel „Aceton-Reagenz“ versetzen

***Tüpfeltechnik-Variante:***

***Vorbereitung: 1 Spatel-Spitze Cystein-Hydrochlorid in 2 ml Wasser lösen bzw. einen Spatel-Spitze Cystin in 2 ml Wasser suspendieren***

***In allen Fällen auf der weißen Unterlage des Tüpfelrasters arbeiten!***

auf erste Feld 1 Tropfen Cystein, auf das zweite Feld 1 Tropfen Cystin

auf beide Felder ein Spatel „Aceton-Reagenz“ geben

**Nachweis von Cystin,**

**Identitätsprobe nach dem europäischen Arzneibuch**

 **Chemische Grundlagen:**

Cystin wird durch konzentrierte Wasserstoffperoxid-Lösung zum Sulfat oxidiert. Eisen(III)chlorid wirkt als Katalysator. Das gebildete Sulfat lässt sich mit Bariumchlorid als Bariumsulfat nachweisen, welches als weißer Niederschlag ausfällt.

**Hinweise zum Arbeitsschutz:**

Die Reaktion verläuft sehr heftig nach einer Latenzzeit von wenigen Minuten. Aus diesem Grunde dürfen die Mengen nicht überschritten werden, um ein Verspritzen des stark ätzenden Reaktionsgemisches zu vermeiden. Das Reagenzglas sollte mindestens 18 x 180 mm haben besser 200 x 30 mm. Diese wird in einen Erlenmeyer-Kolben gestellt, im das Berühren des kochend heißen Reagenzglases zu vermeiden

**erforderliche Hilfsmittel:**

Reagenzglas 200 x 30 mm, passender Erlenmeyer-Kolben als Ständer, Cystin, Wasserstoffperoxid 30 %, Eisen(III)chlorid-Lösung 1 mol/l, Salzsäure 10 %,

Bariumchlorid-Lösung 0,05 mol/l

**Durchführung:**

• eine Spatel-Spitze Cystin in das Reagenzglas geben

• 1 ml Wasser und 1 Tropfen Eisen(III)chlorid-Lösung zugeben

• Reagenzglas in den Erlenmeyer-Kolben stellen

• 1 -2 ml Wasserstoffperoxid zugeben

• Kolben bis zum Abklingen der Reaktion stehen lassen

• 5 ml Wasser und 20 Tropfen Salzsäure zugeben und gut mischen

• 10 Tropfen Bariumchlorid-Lösung zugeben

**Reduktion von Cystin durch reduzierenden Wasserstoff/**

**Nachweis des gebildeten Cysteins**

 **Chemische Grundlagen:**

Cystin lässt sich durch naszierenden Wasserstoff, welcher aus Aluminium und Natronlauge entsteht zum Cystein reduzieren. Der Nachweis des gebildeten Cysteins ist durch diverse reduzierende Reagenzien als auch mit Nitroprussid-Natrium („Aceton-Reagenz“) möglich.

**Hinweise zum Arbeitsschutz:**

Die Reaktion verläuft sehr heftig nach einer Latenzzeit von wenigen Minuten. Aus diesem Grunde dürfen die Mengen nicht überschritten werden, um ein Verspritzen des stark ätzenden Reaktionsgemisches zu vermeiden. Der Erlenmeyer-Kolben sollte mindestens ein Volumen von 300 ml haben

**erforderliche Hilfsmittel:**

Erlenmeyer-Kolben 300 ml, Trichter, Filter, Messzylinder 25 ml, Reagenzgläser, Tüpfelraster

Cystin, Natronlauge 1 mol/l, Natriumhydroxid, Aluminiumpulver, Kaliumpermanganat-Lösung 0,02 mol/l, Schwefelsäure 25 %. Iod-Lösung 0,05 mol/l, Molybdatophosphorsäure

5 %. Harnsäure – Reagenz nach Folin-Denis, Natriumcarbonat-Lösung 10 %, Phenol-Reagenz nach Folin-Ciocalteau, Cresolphthalein-Lösung, notfalls Phenolphthalein-Lösung 0,1 %

**Durchführung:**

• 25 ml Natronlauge in den Erlenmeyer-Kolben geben und noch 5 Natriumhydroxid-

 Plätzchen darin lösen

• einen Spatel Aluminiumpulver zugeben und gut mischen

• Kolben bis zur Beendigung der Reaktion stehen lassen

• Inhalt des Kolbens filtrieren

• Filtrat teilen

• eine Hälfte mit Cresolphthalein versetzen und tropfenweise unter Umschütteln Salzsäure

• bis zur Entfärbung zugeben

***im neutralisierten Filtrat folgende Nachweisreaktionen für Cystein durchführen:***

• Reaktion mit Iod-Lösung

• Reaktion mit schwefelsaurer Kaliumpermanganat-Lösung

• Reaktion mit Aceton-Reagenz

***im unbehandelten Filtrat folgende Nachweisreaktionen für Cystein durchführen:***

• Reaktion mit Harnsäure-Reagenz nach Folin-Denis

• Reaktion mit Aceton-Reagenz

**Oxidation von Cystein zu Cystin**

**Chemische Grundlagen:**

Cystein lässt sich durch Wasserstoffperoxid zu Cystin oxidieren, welches in Wasser nicht löslich ist und daher ausfällt. Diese Reaktion findet auch Anwendung beim Fixieren der Dauerwelle. Zu einer Lösung von Cystein-Hydrochlorid in Wasser wird zunächst Natriumhydrogencarbonat gegeben um die Salzsäure zu neutralisieren. Nach Beendigung der Gasentwicklung wird Wasserstoffperoxid zugegeben. Die Lösung trübt sich langsam durch das gebildete wasserunlösliche Cystin.

**erforderliche Hilfsmittel:**

Reagenzgläser, Spatel,

Cystein-Hydrochlorid, Natriumhydrogencarbonat, Wasserstoffperoxid 30 %

**Durchführung:**

• eine reichliche Spatel-Spitze Cystein-Hydrochlorid in 2 ml Wasser lösen

• portionsweise Natriumhydrogencarbonat bis zur Beendigung der Gasentwicklung zugeben

• 2 ml Wasserstoffperoxid zugeben

• Reagenzglas stehen lassen, nach einigen Minuten setzt die Reaktion ein

**Gehaltsbestimmung von Cystein-Hydrochlorid**

**Chemische Grundlagen:**

Cystein-Hydrochlorid wird mit einem Überschuss an Iod- Lösung versetzt. Diese wird zu Cystin oxidiert.

 COOH COOH COOH

 I I I

2 H2N- C- H + I 2 → H2N – C – H H2N- C – H + 2 HI

 I I I

 H2C – SH H3C – S ---------S –--- CH2

Das Iod entsteht durch Reaktion von Iodat und Iodid in saurer Lösung.

IO3- + 5 I- + 6 H+ → 3 I2 + 3 H2O

Das überschüssige Iod wird durch Titration mit Natriumthiosulfat-Lösung ermittelt.

2 S2O32- + I2 → 2I- + S4O62-

**Wichtig:**

**Diese Methode eignet sich nicht für die Bestimmung von Cystein in Lebensmitteln!**

**erforderliche Hilfsmittel:**

Erlenmeyer-Kolben 25 ml mit Glasstopfen, Pipetten 1 ml, 5 ml, Tuberkulin-Spritzen

Maßkolben 100 ml

Cystein-Hydrochlorid, Kaliumiodat-Lösung 0,0167 mol/l, Kaliumiodid-Lösung 10 %. Schwefelsäure 25 %, Zinkiodid-Stärke-Lösung, Natriumthiosulfat-Lösung 0,1 mol/l

**Durchführung:**

***Herstellung der Probelösung:***

0,300 g Cystein-Hydrochlorid werden in Wasser gelöst und im Maßkolben zu 100 ml aufgefüllt.

***Titration:***

• 2,5 ml Probelösung in den Erlenmeyer-Kolben pipettieren

• 5 ml Wasser, 1,00 ml Kaliumiodat-Lösung und 20 Tropfen Kaliumiodid-Lösung zugeben

• 10 Tropfen Schwefelsäure zugeben, Farbumschlag nach gelbbraun

• Kolben mit Stopfen verschließen und 5 min lichtgeschützt stehen lassen

• mit Natriumthiosulfat-Lösung bis zur zitronengelben Färbung titrieren

• 3 Tropfen Zinkiodid-Stärke-Lösung zugeben, Farbumschlag nach blauschwarz

• bis zur Entfärbung langsam mit Natriumthiosulfat-Lösung titrieren

Gleichzeitig wird ein Blindwert angesetzt, wo anstelle der Probelösung 2,5 ml Wasser eingesetzt werden. Hier wird die gesamte zugegebene Iod-Menge ermittelt. Der Blindwert sollte bei 1,00 ml Natriumthiosulfat-Lösung liegen.

**Berechnung:**

1 ml Iod-Lösung 0,05 mol/l entspricht 15,76 mg Cystein-Hydrochlorid

Sollverbrauch für 2,5 ml Probelösung (300 mg/ 100 ml = 7,5 mg in 2,5 ml Probelösung)

7,7 / 15,76 = 0,475 ml 0,05 mol/l Iod-Lösung bzw. 0,525 ml 0,1 mol/l Natriumthiosulfat

**Gehaltsbestimmung von Cystin**

**Chemische Grundlagen:**

Aus Bromid und Bromat wird in saurer Lösung Brom freigesetzt.

BrO3- + 5Br - + 6 H+ → 3 Br2 + 3 H2O

Dieses reagiert mit Cystin es entsteht eine Cystein- Sulfonsäure

 CH2 – SO3H

 I

C6H12N2O4S2 + 5 Br2 + 6 H2O → 2 CH – NH2 + 10 HBr

 I

 COOH

Das überschüssige Brom oxidiert Iodid zu elementarem Iod.

2 I- + Br2 →2 Br- + I2

Das entstehende Iod wird mit Natriumthiosulfat titriert.

2 S2O32- + I2 → 2I- + S4O62-

**Wichtig:**

**Diese Methode eignet sich nicht für die Bestimmung von Cystin in Lebensmitteln!**

**erforderliche Hilfsmittel:**

Erlenmeyer-Kolben 25 ml mit Glasstopfen, Pipetten 1 ml, 5 ml, Tuberkulin-Spritzen

Maßkolben 100 ml

Cystin, Natronlauge 1mol/l, Bromat-Bromid-Lösung für die Cystin-Bestimmung, Kaliumiodid-Lösung 10 %. Schwefelsäure 25 %, Zinkiodid-Stärke-Lösung, Natriumthiosulfat-Lösung 0,1 mol/l

**Durchführung:**

***Herstellung der Probelösung:***

0,100 g Cystin werden in 2 ml Natronlauge gelöst und mit Wasser und im Maßkolben zu 100 ml aufgefüllt.

***Titration:***

• 1,00 ml Probelösung und 10 ml Wasser in den Erlenmeyer-Kolben pipettieren

• 1,00 ml Bromat-Bromid- Lösung und 20 Tropfen Kaliumiodid-Lösung zugeben

• 10 Tropfen Schwefelsäure zugeben, Farbumschlag nach gelbbraun

• Kolben mit Stopfen verschließen und 10 min lichtgeschützt stehen lassen

• 10 Tropfen Kaliumiodid – Lösung zugeben, Farbumschlag nach gelbbraun

• Kolben mit Stopfen verschließen und 3 min lichtgeschützt stehen lassen

• mit Natriumthiosulfat-Lösung bis zur zitronengelben Färbung titrieren

• 3 Tropfen Zinkiodid-Stärke-Lösung zugeben, Farbumschlag nach blauschwarz

• bis zur Entfärbung langsam mit Natriumthiosulfat-Lösung titrieren

Gleichzeitig wird ein Blindwert angesetzt, wo anstelle der Probelösung 1,00 ml Wasser eingesetzt werden. Hier wird die gesamte zugegebene Brom-Menge ermittelt. Der Blindwert sollte bei 1,00 ml Natriumthiosulfat-Lösung liegen.

**Berechnung:**

1 ml Natriumbromat-Lösung 0,0167 mol/l entspricht 2,403 mg Cystin

Sollverbrauch für 1,00 ml Probelösung (100 mg/ 100 ml = 1,00 mg in 1,00 ml Probelösung)

1,00 /2,4003 = 0,41 ml 0,0167 mol/l Bromat-Lösung bzw. 0,59 ml 0,1 mol/l Natriumthiosulfat

**Zellkulturplatten als Alternative zu Reagenzgläsern für Demonstrationsexperimente**

Mittels Projektion über einen Overhead-Projektor lassen sich Farbreaktionen, die bei Raumtemperatur ablaufen demonstrieren. Es ist vor allem eine materialsparende Variante gegenüber dem Reagenzglas. Bewährt haben sich Zellkulturplatten aus glasklarem Polystyrol mit 12 Vertiefungen. Allerdings kann das Reagenzglas nicht in allen Fällen ersetzt werden.

Der Einsatz der Zellkulturplatte ist nicht möglich bei:

• Temperaturen > 40 °C

• Verwendung organischer Lösungsmittel (Beständigkeitsprobleme)

• intensiven Farbveränderungen

Polystyrol ist nur beständig gegenüber aliphatischen Alkoholen, nicht gegen andere organische Lösungsmittel. Polystyrol ist äußerst kratzempfindlich. Die Zellkulturplatten dürfen nur ausgespült werden und maximal mit Zellstoff mechanisch gereinigt werden, die Verwendung von Bürsten führt zu Kratzern, die bei der Projektion stören. Weiße Niederschläge erscheinen schwarz. Gleichfalls schwarz erscheinen intensive Färbungen. Aus diesem Grunde muss jedes Experiment genau erprobt werden, die Reagenzien werden tropfenweise dosiert

**Nasen-Zerstäuber ,**

**eine Alternative zum Magnesia-Stäbchen für die Flammenfärbung**

Eine Alternative zum Magnesia-Stäbchen für die Flammenprobe sind Zerstäuoer. Insbesondere für die qualitative Analyse eignen sich Nasenzerstäuber. Die zu untersuchende Lösung wird in eine 10 ml Braunglasflasche eingefüllt und die Lösung wird in die Flamme eines Brenners gesprüht. Danach wird der Zerstäuber gereinigt, indem Wasser in eine 10 ml Braunglasflasche eingefüllt und der Zerstäuber mehrfach betätigt wird. Die Reinigung kann überprüft werden, indem das Wasser in eine Flamme gesprüht wird. Danach wird der Zerstäuber auf eine leere Braunglasflasche geschraubt und es wird mehrmals mit Luft durchgespült. Verzichtet man auf die gründliche Reinigung kann es passieren, das der Zerstäuber unbrauchbar wird.

**Bezugsquelle:**

Zscheile & Klinger GmbH Großhandel für Apothekenbedarf

Tarpenring 6, 22419 Hamburg Tel: 040 – 856369 Fax: 040 – 858579

info@zscheile-klinger.de, [www.zscheile-klinger.de](http://www.zscheile-klinger.de)

Tropfflaschen 10 ml Gewinde DIN 18

 Art. Nr. 34010 100 Stück 26,00 Euro + MWST

Zerstäuber-Pumpen mit Nasenadapter für 10 ml Flaschen

Art. Nr. 40601 100 Stück 116,00 Euro + MWST

Schraubkappen DIN 18 aus PP schwarz

Art. Nr. 40009 100 Stück 6,40 + MWST

Die Preise sind dem Katalog 2017 entnommen. Es müssen keine 100 Stück gekauft werden!

Die Probelösungen können auch in den Braunglasflaschen aufbewahrt werden, die mit der Schraubkappe verschlossen werden.

**Herstellungsvorschriften für die Reagenzien**

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

##### **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.

**Bariumchlorid-Lösung 0,05 mol/l:**

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

**Biuret RL: Rezeptur nachAB2 - DL**

***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. Unter ständigem Schwenken werden darin 1,5 g Kupfersulfat 5 Hydrat, danach 0,5 g Kaliumiodid gelöst. Anschließend wird mit Wasser zu 100 ml aufgefüllt. Das Kaliumiodid darf erst dann zugegeben werden, wenn das Kupfersulfat vollständig gelöst ist und somit als Kupfer-Tartrat- Komplex vorliegt Sonst kommt es zur Freisetzung von Iod durch Reaktion von Cu 2+ - Ionen mit Iodid-Ionen.

***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.

**Bromat- Bromid-Lösung zur radikalischen Bromierung von Heptan:**

2,5 g Natriumbromat und 25 g Natriumbromid werden in Wasser gelöst und zu 1000 ml aufgefüllt.

**Bromat- Bromid-Lösung zur Gehaltsbestimmung von Cystin:**

250,8 mg Natriumbromat und 2,5 g Natriumbromid werden in Wasser gelöst und zu 100 ml aufgefüllt.

**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.

**Cresolphthalein-Lösung: GHS 02, Gefahr**

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

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

27,2 g Eisen (III)- Chlorid -6Hydra twerden in Wasser gelöst und zu 100 ml aufgefüllt.

**Harnsäure-Reagenz nach Folin-Denis:**

100 g Natriumwolframat werden in 600 ml Wasser gelöst. Nach Zusatz von 80 ml Phosphorsäure (85 %) wird der Ansatz unter Rückfluss mindestens 2 Stunden gekocht. Wenn sich die Lösung dunkel färbt wird Bromwasser zugegeben und weitere 10 min gekocht. Nach dem Abkühlen wird mit Wasser auf 1000 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.

**0,0167 mol/l Kaliumiodat-Lösung:**

3,5667 g Kaliumiodat werden 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 (Reagenz):**

3,2 g Kaliumpermanganat wird in destilliertem Wasser vollständig gelöst und danach auf 1000 ml aufgefüllt. Die Lösung sollte in einer Flasche aus braunem Glas aufbewahrt werden.

**Kaliumiodid RL (Biuret-Probe):**

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

**Molybdatophosphorsäure (5 %):**

5 g Molybdatophosphorsäure werden in Wasser gelöst und zu 100 ml aufgefüllt. Die Substanz muss zitronengelb sein.. Ist die Substanz grün bis blaustichig wird sie unter Erwärmen in 70 ml Wasser gelöst, nach Zusatz von Wasserstoffperoxid (30 %) portionsweise (!) bis zur zitronengelben Farbe versetzt und danach aufgefüllt.

**Natriumcarbonat-Lösung 10 %:**

100 g Natriumcarbonat – 10 Hydrat werden in Wasser gelöst und zu 1000 ml aufgefüllt.

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

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

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

4 g Natriumhydroxid

oder

10 ml Natronlauge 33 %, (D = 1,36 g/l, 11 mol/l)

oder

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

**Phenol-Reagenz nach Folin-Ciocalteau:**

100 g Natriumwolframat- 2 Hydrat und 25 f Natriummolybdat werden getrennt in insgesamt 700 ml Wasser gelöst. Beide Lösungen werden in einen 2000 ml Rundkolben mit Rückflusskühler überführt Nach Zusatz von 50 ml Phosphorsäure (85 %) und 100 ml Salzsäure (37 %) wird die Lösung ununterbrochen 10 Stunden unter Rückfluss gekocht. Nach dem Abkühlen werden 150 g Lithiumsulfat zugegeben. Danach werden 4 – 5 Tropfen Brom zugegeben und es wird 15 min ohne Rückflusskühler erhitzt, um der Überschuss an Brom zu entfernen. Nach dem Abkühlen wird der Inhalt des Rundkolbens in einen 1000 ml Maßkolben überführt und bis zur Marke aufgefüllt. Die Lösung muss zitronengelb ohne Grünstich sein. Ist die Lösung grünstichig, wird die Behandlung mit Brom wiederholt. Das Reagenz ist in braunen Flaschen, mit dichtem Verschluss haltbar. Diese Lösung ist auch gebrauchsfertig

bei folgenden Firmen erhältlich: Merck, Applichem.

**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

**Salzsäure 10 %:**

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

**Schwefelsäure 3 mol/l = 25 %:**

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 (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.

**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 Wassers 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.

**Literaturverzeichnis**

Ackermann, G.

Einführung in die qualitative anorganische Halbmikroanalyse

1962, Leipzig, VEB Deutscher Verlag für Grundstoffindustrie

2. Arzneibuch der DDR Band Diagnostische Laboratoriumsmethoden (AB 2 DDR-DL)

1985, Berlin (Ost) Akademie-Verlag

Deutscher Arzneimittel- Codex

Band OV Alternative Identifizierung

20017, Eschborn, Govi-Verlag

Goetze, E.

Einrichtung und Methoden des klinischen Laboratoriums

1963, Jena, VEB Verlag Gustav Fischer

Homolka, J.

Chemische Diagnostik im Kindesalter

1961, Berlin (Ost), VEB Verlag Volk und Gesundheit

Ph. Eur. 6. Ausgabe, Grundwerk 2008 (Europäisches Arzneibuch)

Monographie Cystein-Hydrochlorid Monohydrat, Cystin

Kommentar zur Ph. Eur. 4.03 18. Lfg. 2004

Noeske, Ch.

Naturwissenschaften Mit Haut und Haaren

2001, Berlin, Volk und Wissen Verlag

Pohloudek-Fabini, R., Beyrich, Th.

Organische Analyse unter besonderer Berücksichtigung von Arzneistoffen

1975, Leipzig Akademische Verlagsgesellschaft Geest & Portig

Proske, W.

Effektvolle Experimente Teil 2

o. J., Clausthal-Zellerfeld, Firmenschrift Windaus Labortechnik

Rapoport, S. M., Raderecht, H.J.

Physiologisch-chemisches Praktikum

1989, Berlin (Ost), VEB Verlag Volk und Gesundheit

Richterich, R.

Klinische Chemie, Theorie und Praxis

1965, Frankfurt (Main), Akademische Verlagsgesellschaft

Thiele, H.-J.

Klinische Chemie Praktikum

1984, Berlin (Ost), VTB Verlag Volk und Gesundheit

Vitlab

Competence in Labware Laborgräte-Programm

Firmenschrift Vitlab GmbH

Wiskamp, V., Habibzai, M.

Redoxchemie von Cystein und Cystin In CLB 67 (2016) Heft 11-12 488 - 491