**Online Analytik Workshop**

**Schulchemiezentrum**

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

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

**Tel: 034924 / 20648,**

**Fax: 034924 / 20011**

**wolfgang\_proske@ web.de**

**Materialien für die Online-Workshops**

**Analytik I (Tüpfelanalytik),**

**Analytik II (Halbmikrotitration) und**

**PIN-Konzept**

**Version 11.August 2021**

Einleitung / Konzept

Vorbereitung für die erfolgreiche Teilnahme

Experimente

Analytik I (Tüpfelanalyse)

Analytik II (Halbmikrotitration)

Herstellungsvorschriften für die Reagenzien

Analytik I (Tüpfelanalyse)

Analytik II (Halbmikrotitration)

Vorschriften für die Qualitätskontrolle (Überprüfung der Reagenzien)

Analytik I (Tüpfelanalyse)

Analytik II (Halbmikrotitration)

Inhalt der Test-Kits

Analytik I (Tüpfelanalyse)

Analytik II (Halbmikrotitration)

Bezugsquellen und Bestellinformationen

Anhang

Analytik I und II ausgewählte theoretische Grundlagen

Einstufung der Reagenzien

Inhalte der Skripten für die Teilnehmer

Vorbereitende Arbeiten der Teilnehmer

Ergänzungen

**Einleitung / Konzept**

Es wurden alle Materialien zusammen gestellt, die für die Online-Workshops Analytik I (Tüpfelanalytik), Analytik II (Halbmikrotitration) und PIN-Konzept notwendig sind.

Das Problem hierbei ist, das die erforderlichen Materialien im Vorfeld zusammengestellt werden und an die Teilnehmer verschickt werden müssen.

Bei der Konzeption musste auch berücksichtigt werden, das erforderliche Vorbereitungen seitens der Teilnehmer auf ein unvermeidbares Minimum gesenkt wird. So können auch nur lagerstabile Reagenzien versendet werden. Außerdem müssen Vorschriften für den Versand von Gefahrstoffen berücksichtigt werden. Aus diesem Grunde wurden die Mengen stark limitiert. Beim PIN-Konzept haben wir aus Gründen der Praktikabilität entschieden, das die fertige Ammonium -Cer (IV) -nitrat-Lösung (5 ml) beigelegt wird. Der Versand erfolgt auch nur an festgelegte Gymnasien in Bayern, welches genauestens dokumentiert wird. So kann ausgeschlossen werden, dass diese Lösung nicht zur Herstellung von Sprengstoffen wird.

**Vorbereitung für die erfolgreiche Teilnahme**

Die Test-Kits für die Experimente sind weitestgehend vorbereitet. Es muss lediglich in die vorbereiteten leeren Gefäße Milch, Quark und Joghurt eingefüllt und die Albumin-Lösung angesetzt werden. Diese Lösung (positive Kontrolle) wird hergestellt, indem ein Spatel festes Albumin in die bereitgestellte leere Tropfflasche gegeben wird und mit Wasser (Trinkwasser reicht) aufgefüllt und leicht geschüttelt wird. Die Lösung ist trüb und schäumt leicht.

Für die Halbmikrotitrationen wird noch eine Spritzflasche mit destilliertem Wasser benötigt.

Die Reste der Titrationen können über das Abwasser entsorgt werden.

**Experimente**

In dieser Übersicht wird die Durchführung der vorgestellten Experimente beschrieben.

**Analytik I (Tüpfelanalyse)**

**• Protein-Nachweise, auch gefahrstofffrei**

**• Cola auf der Tüpfelplatte**

 **(Unterscheidung Cola classic und Cola light)**

**• Iod-Nachweis im Jod-Salz**

***Protein-Nachweise auch gefahrstofffrei***

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

 **erforderliche Hilfsmittel:**

Tüpfelraster ,

Bromphenolblau-Puffer-Lösung, Milch, Joghurt, Quark, Albumin-Lösung

**Durchführung:**

auf Tüpfelraster **(weiße Unterlage)** geben:

negative Kontrolle: Wasser

positive Kontrolle: Albumin-Lösung

Untersuchungsmaterialien: Quark, Milch, Joghurt

1-2 Tropfen Lösung mit 2 Tropfen Bromphenolblau-Puffer-Lösung mischen, bzw. bei Quark und Joghurt eine streichholzkopfgroße Menge mit 2 Tropfen Reagenz verreiben

**Beobachtung:**

negativ: gelbe Farbe bleibt bestehen

positiv: Farbumschlag von gelb nach grün bis blau

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

**erforderliche Hilfsmittel:**

Tüpfelraster ,

Biuret-RL \*, Milch, Joghurt, Quark, Albumin-Lösung

**Durchführung:**

auf Tüpfelraster **(weiße Unterlage)** geben:

negative Kontrolle: Wasser

positive Kontrolle: Albumin-Lösung

Untersuchungsmaterialien: Quark, Milch, Joghurt

1-2 Tropfen Lösung mit 2 Tropfen Biuret-RL\* mischen, bzw. bei Quark und Joghurt eine streichholzkopfgroße Menge mit 2 Tropfen Reagenz verreiben

**Beobachtung:**

negativ: türkisblaue Farbe bleibt bestehen

positiv: Farbumschlag von türkisblau nach violett

***Cola auf der Tüpfelplatte (Unterscheidung Cola classic und Cola light)***

**erforderliche Hilfsmittel:**

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

Cola, Cola light, stark verdünnte Phosphorsäure, Glucose – Fructose-Lösung, Methylrot-Lösung, Bromthymolblau-Lösung, Phosphat-Reagenz I, Phosphat-Reagenz II,

Kupfersulfat-Zitronensäure-Mischung, Natriumhydroxid, grießförmig

**Durchführung:**

***Nachweis von Phosphat-Ionen***

auf Tüpfelraster **(weiße Unterlage)** geben:

negative Kontrolle: Wasser

positive Kontrolle: stark verdünnte Phosphorsäure

Untersuchungsmaterialien: Cola, Cola light, Cola nowo,

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

**Beobachtung:**

negativ: kein Farbumschlag

positiv: Farbumschlag nach dunkelblau nach wenigen Augenblicken

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

auf Tüpfelraster **(weiße Unterlage)** geben:

negative Kontrolle: Wasser

positive Kontrolle: stark verdünnte Phosphorsäure

Untersuchungsmaterialien: Cola, Cola light, Cola nowo,

zu allen Proben 1 Tropfen Methylrot-Lösung geben

**Beobachtung:**

negativ: kein Farbumschlag, d. h. gelbe Farbe bleibt bestehen

positiv: Farbumschlag von gelb nach rot

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

auf Tüpfelraster **(weiße Unterlage)** geben:

negative Kontrolle: Wasser

positive Kontrolle: stark verdünnte Phosphorsäure

Untersuchungsmaterialien: Cola, Cola light, Cola nowo,

zu allen Proben 1 Tropfen Bromthymolblau-Lösung geben

**Beobachtung:**

negativ: kein Farbumschlag, d. h. blaue Farbe bleibt bestehen

positiv: Farbumschlag von blau nach gelb

***Nachweis von Zucker***

**auf Kunststoff -Tüpfelplatte tropfen:**

negative Kontrolle: 3 – 5 Tropfen Wasser

positive Kontrolle: 3 – 5 Tropfen Glucose-Fructose-Lösung

Untersuchungsmaterialien: je 3 – 5 Tropfen Cola, Cola light, Cola nowo,

● 1 Spatel-Spitze Kupfersulfat-Zitronensäure-Mischung

● mischen

● 1 Spatel-Spitze gepulvertes Natriumhydroxid

● mischen

**Beobachtung:**

negativ: kein Farbumschlag, d. h. blaue Farbe bleibt bestehen

positiv: Farbumschlag von blau nach rotbraun

**• Iod-Nachweis im Jod-Salz**

**erforderliche Hilfsmittel:**

Tüpfelraster,

Natriumchlorid-Lösung, Jod-Salz-Lösung, jeweils gesättigte Lösungen, Stärke-Lösung haltbar, Schwefelsäure 1 mol/l, Kaliumiodid-Lösung (w = 5 %), Kaliumiodat-Lösung

(c = 1/60 mol/l)

**Durchführung:**

auf Tüpfelraster **(weiße Unterlage)** nach folgendem Schema tropfen:

senkrecht: 2 x Natriumchlorid-Lösung

 2 x Jod-Salz-Lösung

 jeweils je 1 Tropfen Stärke-Lösung und Schwefelsäure zugeben

waagerecht: 1 x Kaliumiodat-Lösung bzw. Kaliumiodid-Lösung zu den Salzlösungen geben, so dass sowohl die Natriumchlorid-Lösung als auch die Jod-Salz-Lösung sowohl mit Iodid als auch mit Iodat reagieren

 **Iodat Iodid**

Natriumchlorid-Lösung mit Stärke und Schwefelsäure

Jod-Salz-Lösung mit Stärke und Schwefelsäure

**Beobachtung:**

 **Iodat Iodid**

Natriumchlorid-Lösung mit Stärke und Schwefelsäure negativ negativ

Jod-Salz-Lösung mit Stärke und Schwefelsäure negativ positiv (blau)

**Analytik II (Halbmikrotitration)**

**• Säure-Base-Titration, Alternativen zum Phenolphthalein**

**• Gehaltsbestimmung von Ascorbinsäure**

**• Komplexometrie (Bestimmung von Calcium und Magnesium)**

***Säure-Base-Titration, Alternativen zum Phenolphthalein***

**erforderliche Hilfsmittel:**

25 ml Erlenmeyer-Kolben, Tuberkulin-Spritzen,

0,1 mol/l Natronlauge, 0,1 mol/l Salzsäure,

Mischindikator nach Tashiro, Mischindikator nach Cooper, Bromthymolblau-Lösung,

**Durchführung:**

***Titration:***

● in einen 25 ml Erlenmeyer-Kolben 10 ml Wasser vorlegen

● 0,50 ml Salzsäure zugeben

● mit 3 Tropfen Indikator versetzen

● bis zum Farbumschlag mit 0,1 mol/l Natronlauge titrieren

**Indikator Farbumschlag von nach**

Mischindikator nach Tashiro violett → grau (farblos) → grün

Mischindikator nach Cooper rot → blau

Bromthymolblau gelb → grün → blau

**Berechnung:**

1 ml 0,1 mol/l Natronlauge entspricht 3,6 mg Salzsäure

***Gehaltsbestimmung von Ascorbinsäure***

**erforderliche Hilfsmittel:**

25 ml Erlenmeyer-Kolben, Tuberkulin-Spritzen, 10 ml Injektionsspritze,

Ascorbinsäure (176 mg eingewogen), 0,0167 mol/l Kaliumiodat-Lösung, Kaliumiodid-Lösung, Zinkiodid-Stärke-Lösung, Schwefelsäure 1 mol/l

**Durchführung:**

***Probelösung:***

In das Pathologiegefäß, wo 176 mg Ascorbinsäure eingewogen sind, werden aus der Injektionsspritze 10 ml Wasser gegeben und die Substanz darin gelöst.

***Titration:***

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

**•** 0,50 ml Probelösung zugeben

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

**•** 10 Tropfen Kaliumiodid-Lösung zugeben

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

**Berechnung:**

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

Sollverbrauch: 1,00 ml Kaliumiodat-Lösung

***Komplexometrie (Bestimmung von Calcium und Magnesium)***

**erforderliche Hilfsmittel:**

25 ml Erlenmeyer-Kolben, Tuberkulin-Spritzen,

Calcium -chlorid-Lösung 0,1 mol/l, Magnesiumchlorid oder -sulfat-Lösung 0,1 mol/l,

1 mol/l Natronlauge, Calconcarbonsäure-Mischung Indikator-Puffer-Mischung, Murexid-MischungAmmoniak-Lösung 10 %, 0,1 mol/l EDTA-Lösung

**Durchführung:**

**Calcium Titration gegen Calconcarbonsäure bei pH 13**

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

**•** 0,50 ml Calcium -chlorid-Lösung zugeben

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

 versetzen, gut mischen

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

**Calcium Titration gegen Murexid bei pH 13**

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

**•** mit 20 Tropfen Natronlauge und einer Mikrospatel-Spitze Murexid-Mischung

 versetzen, gut mischen, Lösung ist rot

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

**•** 0,50 ml Calcium -chlorid-Lösung zugeben

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

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

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

**•** 0,50 ml Magnesiumchlorid oder Magnesiumsulfat - Lösung zugeben

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

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

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

**Berechnung:**

1 ml 0,1 mol/l EDTA entspricht 4,008 mg Calcium bzw. 2,4008 mg Magnesium

Sollverbrauch: 0,50 ml EDTA-Lösung

**Herstellungsvorschriften für die Reagenzien**

**Analytik I (Tüpfelanalyse)**

**Biuret RL\*:**

***Stammlösung:***

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

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

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

***Gebrauchslösung = Biuret –RL\*:***

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. Diese Lösung ist haltbar!

**Alternative Herstellung:**

In einem 2000 ml Maßkolben werden 400 ml Natronlauge (c = 1 mol/l) vorgelegt. 18,0 g Kaliumnatriumtartrat werden darin **vollständig!!** gelöst. Danach werden 6 g Kupfersulfat-

5 – Hydrat vollständig !! gelöst. Nach **vollständiger** Auflösung werden 10 g Kaliumiodid zugegeben. Erst wenn dieses gelöst ist, wird mit Wasser zu 2000 ml aufgefüllt.

***Bei der Herstellung dieser Lösung ist zu beachten, dass die nächste Substanz erst dann zugegeben werden darf, nachdem die vorherige vollständig gelöst ist, sonst kommt es zur Bildung von Niederschlägen!***

**Bromphenolblau-Lösung 0,1 %:**

100 mg Bromphenolblau werden in Ethanol (Brennspiritus) gelöst und mit Ethanol zu 100 ml aufgefüllt. Alternativ wird das Bromphenolblau mit 1,49 ml Natronlauge (c = 0,1 mol/l) verrieben, mit 20 ml Ethanol (Brennspiritus) versetzt und mit Wasser zu 100 ml aufgefüllt.

**Bromphenolblau-Puffer-Lösung:**

In einen 100 ml Maßkolben werden 10 ml Puffer pH 3 vorgelegt und mit Bromphenolblau-Lösung bis zur dunkelgelben Färbung versetzt, danach wird mit Wasser zu 100 ml aufgefüllt.

**Alternative Herstellung:**

In einem 2000 ml Maßkolben werden 16.94 g Zitronensäure-Monohydrat in 500 ml Wasser gelöst. 6.98 g Natriumchlorid werden darin gelöst. Nach Zusatz von 41,2 ml Natronlauge

(c = 1 mol/l) und 20 ml Bromphenolblau-Lösung wird mit Wasser zu 2000 ml aufgefüllt.

**Bromthymolblau - Lösung:**

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

**Glucose-Fructose - Lösung:**

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

**Alternative Herstellung:**

100 g Glucose und 100 g Fructose werden in Wasser gelöst. Nach Zusatz von 200 ml Ethanol (Brennspiritus und 12 g Weinsäure wird mit Wasser zu 2000 ml aufgefüllt.

**0,0167 mol/l = 1/60 mol/l Kaliumiodat-Lösung:**

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

**Kaliumiodid-Lösung 5 %:**

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

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

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

**Methylrot - Lösung:**

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

**Phosphat - Reagenz I:**

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

**Alternative Herstellung:**

20 g Ammoniummolybdat werden in 1000 ml destilliertem Wasser gelöst mit 132 ml konzentrierter Schwefelsäure versetzt und mit destilliertem Wasser zu 2000 ml aufgefüllt.

**Phosphat-Reagenz II:**

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

**Phosphorsäure 25 %:**

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

**Phosphorsäure, stark verdünnt:**

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

**Puffer pH 3:**

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

**Schwefelsäure 1 mol/l = 9.8 %:**

5,6 ml Schwefelsäure (w = 96 %) werden mit Wasser auf 100 ml aufgefüllt.

**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.

**Analytik II (Halbmikrotitration)**

**Ammoniak-Lösung 10 %:**

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

**Bromthymolblau - Lösung:**

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

**Calcium -chlorid-Lösung 0,1 mol/l:**

10,00 g analysenreines Calcium -carbonat werden quantitativ mit Wasser in einen 1000 ml Maßkolben überführt. Tropfenweise wird vorsichtig Salzsäure (c = 2 mol/l), insgesamt etwa 110 ml zugegeben, bis das Calcium -carbonat gelöst ist und die Lösung völlig klar ist. Substanzverluste durch Überschäumen müssen vermieden werden. Anschließend wird mit Wasser auf 1000 ml aufgefüllt. Die Herstellung aus Calcium -chlorid ist nicht zu empfehlen, da dieses mehr oder weniger hygroskopisch ist.

**Calconcarbonsäure-Mischung:**

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

**EDTA - Lösung 0,1 mol/l:**

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

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

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

**0,0167 mol/l = 1/60 mol/l Kaliumiodat-Lösung:**

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

**Kaliumiodid-Lösung 5 %:**

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

**Magnesiumsalz-Lösung 0,1 mol/l:**

24,647 g Magnesiumsulfat 7 Hydrat oder 20,3302 g Magnesiumchlorid 6 Hydrat werden in Wasser gelöst und mit Wasser zu 1000 ml aufgefüllt. Letzteres ist weniger empfehlenswert, da sehr stark hygroskopisch.

**Mischindikator nach Cooper:**

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

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

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

welche 200 mg Bromkresolgrün-Natriumsalz und 100 mg Methylrot-Natriumsalz in 100 ml Wasser gemacht. Sie ist auch nach 5 Jahren noch stabil. Bei dieser Lösung ist der Umschlag von rot nach grünblau.

**Neue Rezeptur:** 1 g Bromkresolgrün wird in 14,5 ml Natronlauge (c = 0,1 mol/l) gelöst. 250 mg Methylrot-Natriumsalz werden in 100 ml Wasser gelöst. Die Lösungen werden gemischt und mit Wasser zu 1000 ml aufgefüllt. Die Verringerung der Methylrot-Konzentration bewirkt einen Farbumschlag von rot nach blau

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

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

**Mischindikator nach Tashiro:**

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

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

**Murexid-Mischung:**

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

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

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

6 ml Natronlauge (w = 45 %, D = 1,47 g/l, c = 17 mol/l)

werden mit Wasser zu 100 ml aufgefüllt.

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

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

**0, 1 mol/l Salzsäure (Maßlösung):**

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

**Schwefelsäure 1 mol/l = 9,8 %:**

5,6 ml Schwefelsäure (w = 96 %) werden mit Wasser auf 100 ml aufgefüllt.

**Zinkiodid-Stärke-Lösung:**

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

Rezeptur des DAB 6, (Originaltext)

„4 g lösliche Stärke und 20 g Zinkchlorid werden in 100 ccm siedenden 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.

**Vorschriften für die Qualitätskontrolle**

**(Überprüfung der Reagenzien)**

Um ein mögliches Misslingen der Experimente bei den Teilnehmern weitestgehend zu minimieren, ist es erforderlich alle Reagenzien anhand einer Funktionsprüfung ausgetestet werden. Der Referent arbeitet mit dem gleichen Test-Kit, welches an die Teilnehmer verschickt wird. Zusätzlich ist es erforderlich, das Rückstellmuster (2 Stück pro Charge) mindestens 6 Monate aufbewahrt werden zur Klärung eventueller Rückfragen. Kits die in

Dillingen hergestellt werden, werden nach Ablauf dieser Zeit an Frau Habelitz-Tkotz übergeben. Kits die in Kitzingen hergestellt werden, behält Herr Schwab.

**Analytik I (Tüpfelanalyse)**

**• Protein-Nachweise, auch gefahrstofffrei**

Überprüfung der Biuret RL \* und der Bromphenolblau-Puffer-Lösung mit Wasser

(negative Kontrolle) und Albumin-Lösung frisch notfalls Milch (positive Kontrolle)

Ergebnis: Nachweis funktioniert störungsfrei

**• Cola auf der Tüpfelplatte**

 **(Unterscheidung Cola classic und Cola light)**

Überprüfung saure Reaktion mit Bromthymolblau und Methylrot mit Wasser

(negative Kontrolle) und stark verdünnter Phosphorsäure (positive Kontrolle)

Ergebnis: Nachweis funktioniert störungsfrei

Überprüfung Phosphat-Ionen mit Phosphat-Reagenz I und II mit Wasser

(negative Kontrolle) und stark verdünnter Phosphorsäure (positive Kontrolle)

Ergebnis: Nachweis funktioniert störungsfrei

Überprüfung Nachweis von reduzierenden Zucker (Fehling-Probe) mit Wasser

(negative Kontrolle) und Glucose-Fructose-Lösung (positive Kontrolle)

Ergebnis: Nachweis funktioniert störungsfrei

**• Iod-Nachweis im Jod-Salz**

2 Tropfen Wasser, 1 Tropfen Schwefelsäure, 1 Tropfen Stärke-Lösung,

keine Veränderung

2 Tropfen Wasser, 1 Tropfen Schwefelsäure, 1 Tropfen Stärke-Lösung

1 Tropfen Kaliumiodid-Lösung, keine Veränderung

2 Tropfen Wasser, 1 Tropfen Schwefelsäure, 1 Tropfen Stärke-Lösung,

1 Tropfen Kaliumiodat-Lösung keine Veränderung

2 Tropfen Wasser, 1 Tropfen Schwefelsäure, 1 Tropfen Stärke-Lösung,

je 1 Tropfen Kaliumiodid – und Kaliumiodat-Lösung, **dunkelblaue Färbung**

2 Tropfen Kochsalz-Lösung, 1 Tropfen Schwefelsäure, 1 Tropfen Stärke-Lösung,

keine Veränderung

2 Tropfen Kochsalz-Lösung, 1 Tropfen Schwefelsäure, 1 Tropfen Stärke-Lösung

1 Tropfen Kaliumiodid-Lösung, keine Veränderung

2 Tropfen Kochsalz-Lösung, 1 Tropfen Schwefelsäure, 1 Tropfen Stärke-Lösung,

1 Tropfen Kaliumiodat-Lösung keine Veränderung

2 Tropfen Jod-Salz-Lösung, 1 Tropfen Schwefelsäure, 1 Tropfen Stärke-Lösung,

keine Veränderung

2 Tropfen Jod-Salz-Lösung, 1 Tropfen Schwefelsäure, 1 Tropfen Stärke-Lösung

1 Tropfen Kaliumiodid-Lösung, **dunkelblaue Färbung**

2 Tropfen Jod-Salz-Lösung, 1 Tropfen Schwefelsäure, 1 Tropfen Stärke-Lösung,

1 Tropfen Kaliumiodat-Lösung keine Veränderung

Ergebnis: Nachweis verläuft störungsfrei

**Analytik II (Halbmikrotitration)**

**• Säure-Base-Titration, Alternativen zum Phenolphthalein**

Titration von 0,5 ml Salzsäure mit 0,1 mol/l Natronlauge gegen alle Indikatoren

Ergebnis: Sollverbrauch 0,50 +/- 0,05 ml 0,1 mol/l Natronlauge,

gut erkennbarer Farbumschlag

**• Gehaltsbestimmung von Ascorbinsäure**

Titration von 0,5 ml Ascorbinsäure-Lösung (176 mg/10 ml Wasser), frisch hergestellt

mit 1/60 mol/l Kaliumiodat-Lösung

Ergebnis: Sollverbrauch 1,00 +/- 0,1 ml 1/60 mol/l Kaliumiodat-Lösung,

gut erkennbarer Farbumschlag

**• Komplexometrie (Bestimmung von Calcium und Magnesium)**

Titration von 0,5 ml Magnesiumchlorid-Lösung mit 0,1 mol/l EDTA

gegen Indikator-Puffer-Mischung

Titration von 0,5 ml 0,1 mol/l Calcium -chlorid-Lösung mit 0,1 mol/l EDTA

gegen Calconcarbonsäure

Ergebnis: Sollverbrauch 0,50 + /- 0,05 ml EDTA-Lösung

gut erkennbarer Farbumschlag

**Inhalt der Test-Kits**

**Analytik I (Tüpfelanalyse)**

**Materialien:**

Tüpfelraster,Tüpfelplatte aus Kunststoff für modifizierte Fehling-Probe, 20 ml Tropfflasche für destilliertes Wasser (negative Kontrolle), 2 Stevia-Löffel, 1 Vierkantdose Fleros 270 ml,

1 Vierkantdose Fleros 1650 ml

**• Protein-Nachweise, auch gefahrstofffrei**

**Reagenz Menge Packmittel**

Bromphenolblau-Puffer-Lösung 10 ml Tropfflasche Kunststoff 10 ml

Milch leer 20 ml Pathologie - Gefäß

Joghurt leer 20 ml Pathologie - Gefäß

Quark leer 20 ml Pathologie - Gefäß

Albumin 5 g 20 ml Pathologie - Gefäß

Albumin-Lösung leer Tropfflasche Kunststoff 10 ml

Biuret-RL \* 10 ml Tropfflasche Kunststoff 10 ml

**• Cola auf der Tüpfelplatte**

 **(Unterscheidung Cola classic und Cola light)**

**Reagenz Menge Packmittel**

Cola classic 10 ml Tropfflasche Kunststoff 10 ml

Cola light 10 ml Tropfflasche Kunststoff 10 ml

Cola now 10 ml Tropfflasche Kunststoff 10 ml

stark verdünnte Phosphorsäure 10 ml Tropfflasche Kunststoff 10 ml

Glucose – Fructose-Lösung 10 ml Tropfflasche Kunststoff 10 ml

Methylrot-Lösung 10 ml Tropfflasche Kunststoff 10 ml

Bromthymolblau-Lösung 10 ml Tropfflasche Kunststoff 10 ml

Phosphat-Reagenz I 10 ml Tropfflasche Kunststoff 10 ml

Phosphat-Reagenz II 10 ml Tropfflasche Kunststoff 10 ml

Kupfersulfat-Zitronensäure-Mischung 10 g 20 ml Pathologie - Gefäß

Natriumhydroxid, grießförmig 10 g Braunglasflasche 10 ml

**• Iod-Nachweis im Jod-Salz**

**Reagenz Menge Packmittel**

Natriumchlorid-Lösung, gesättigt 10 ml Tropfflasche Kunststoff 10 ml

Jod-Salz-Lösung, gesättigt 10 ml Tropfflasche Kunststoff 10 ml

Stärke-Lösung haltbar 10 ml Tropfflasche Kunststoff 10 ml

Schwefelsäure 1 mol/l 10 ml Tropfflasche Kunststoff 10 ml

Kaliumiodid-Lösung (w = 5 %) 10 ml Braunglasflasche 10 ml

Kaliumiodat-Lösung (c = 1/60 mol/l) 10 ml Tropfflasche Kunststoff 10 ml

**Analytik II (Halbmikrotitration)**

**Materialien:**

25 ml Erlenmeyer-Kolben, Tuberkulin-Spritzen mit abgeschnittener gelber Pipetten-Spitze,

10 ml Injektionsspritze, 2 Stevia-Löffel, 1 Vierkantdose Fleros 270 ml,

1 Vierkantdose Fleros 1650 ml

Die Reagenzien werden, wenn möglich, in Gefäße aus Kunststoff abgefüllt. Glasflaschen werden mit einer Schraubkappe, die eine Teflon- kaschierte Dichtung enthält, verschlossen. Zusätzlich werden die Glasflaschen in ein 50 ml Pathologie – Gefäß eingestellt, welches mit Styropor-Flocken gepolstert ist, um Klappern zu vermeiden. Bei Flüssigkeiten wird noch eine Pipetten-Montur beigelegt. Pipetten-Flaschen sind als Packmittel zum Transport nicht erlaubt!

**• Säure-Base-Titration, Alternativen zum Phenolphthalein**

**Reagenz Menge Packmittel**

0,1 mol/l Natronlauge 50 ml Vierkantflasche, rote Kappe

0,1 mol/l Salzsäure 50 ml Vierkantflasche, rote Kappe

Mischindikator nach Tashiro 10 ml Tropfflasche Kunststoff 10 ml

zusätzlich 50 ml Vierkantflasche, rote Kappe

Mischindikator nach Cooper 10 ml Tropfflasche Kunststoff 10 ml

zusätzlich 50 ml Vierkantflasche, rote Kappe

Bromthymolblau-Lösung 10 ml Tropfflasche Kunststoff 10 ml

**• Gehaltsbestimmung von Ascorbinsäure**

**Reagenz Menge Packmittel**

Ascorbinsäure (176 mg eingewogen) 1 x 20 ml Pathologie - Gefäß

0,0167 mol/l Kaliumiodat-Lösung 50 ml Vierkantflasche, rote Kappe

Kaliumiodid-Lösung 10 ml Braunglasflasche 10 ml

Zinkiodid-Stärke-Lösung 10 ml Tropfflasche Kunststoff 10 ml

Schwefelsäure 1 mol/l 10 ml Tropfflasche Kunststoff 10 ml

**• Komplexometrie (Bestimmung von Calcium und Magnesium)**

**Reagenz Menge Packmittel**

Calcium -chlorid-Lösung 0,1 mol/l 25 ml Kunststoff- Flasche rund, Kautex

Magnesiumchlorid-Lösung 0,1 mol/l 25 ml Kunststoff- Flasche rund, Kautex

oder Magnesiumsulfat-Lösung 0,1 mol/l 25 ml Kunststoff- Flasche rund, Kautex

1 mol/l Natronlauge 10 ml Tropfflasche Kunststoff 10 ml

Calconcarbonsäure-Mischung 10 g 20 ml Pathologie - Gefäß

Indikator-Puffer-Mischung 10 g 20 ml Pathologie - Gefäß

Ammoniak-Lösung 10 % 10 ml Tropfflasche Kunststoff 10 ml

0,1 mol/l EDTA-Lösung 50 ml Vierkantflasche, rote Kappe

Murexid-Mischung 10 g 20 ml Pathologie - Gefäß

**Bezugsquellen und Bestellinformationen**

**Kunststoff-Dosen Fa. Fleros**

Fleros Kunststoffe GmbH Tel: 04721- 203857 **Vorkasse !!!**

Hans-Clausen Str.7, 27476 Cuxhaven info@fleros.de, [www.fleros.de](http://www.fleros.de)

Angebot Beleg-Nr. 9600048 vom 16.04 2021, fischer@fleros.de

Rechteckschale SR 270 517 Stück (Schale + Deckel) 75,07 Euro für 517 Stück

Rechteckschale SR 1650 600 Stück (Schale) 216,12 Euro für 600 Stück

Deckel für Rechteckschale SR 1650 600 Stück (Deckel) 103,08 Euro für 600 Stück

**30 ml Tropfflaschen farblos für Wasser (negative Kontrolle)**

Windaus Labortechnik Tel: 05328 – 7180

Bauhofstr.9, 36678 Clausthal-Zellerfeld info@windaus.de, www.winlab.de

Tropfflaschen für Schülerübungen 30 ml Bestell-Nummer 224310030 0,77 Euro/ Stück

(Winlab Katalog 2019)

**Schraubkappen DIN 18 mit Teflon - kaschierter Dichteinlage**

Sensoplast GmbH, Tel: 02684 – 95677613 (Frau Petra Wagner)

Auf dem Höhchen 1-5, 56587 Oberhohnefeld, info@sensoplast.de, www.sensoplast.de

Schraubkappen schwarz DIN 18 mit Teflon-kaschierter Dichteinlagenmontur

1000 Stück 73,50 Euro (2 Beutel je 500 Stück) **Mindestmenge!! bitte auf mich berufen!**

**Pathologie-Gefäße, Tüpfelplatten aus Kunststoff**

Heinz Herenz Medizinalbedarf GmbH Tel: 040 – 73920434 (Frau Beling-Schrader)

Rudorffweg 10, 21031 Hamburg, jana.beling-schrader@herenz.de, [www.herenz.de](http://www.herenz.de)

**Artikel-Nr. Bezeichnung Preis**

M 1131809 Versandröhre 120 ml (ohne Schraubkappe) 89,10 Euro für 250 Stück

M 1131810 Schraubkappe für Versandröhre 120 ml 12,98 Euro für 250 Stück

M 1042013 Tüpfelplatte, weiß PS 42,30 Euro für 100 Stück

M 1131996 Universalcontainer 20 ml (Pathologiegefäß) 87,08 Euro für 1000 Stück

M 1131998 Universalcontainer 50 ml (Pathologiegefäß) 57,95 Euro für 500 Stück

M 1042003 Objektträger mit 3 Vertiefungen 2,39 Euro pro Stück

 2.00 Euro ab 100 Stück

**Mindestbestellwert : 50 Euro, bitte auf mich berufen!**

**Glasflaschen, Tropfflaschen aus Kunststoff, Pipetten-Monturen**

Zscheile & Klinger GmbH, Großhandel für Apothekenbedarf Tel: 040 – 856369

Tarpenring 6, 33419 Hamburg info@zscheile-klinger.de, www.zscheile-klinger.de

**Artikel-Nr. Bezeichnung Preis**

34010 Tropfflaschen 10 ml Gewinde DIN 18 19,75 Euro für 100 Stück

 ab 1 VPE (195 Stück)

34050 Tropfflaschen 50 ml Gewinde DIN 18 29,10 Euro für 100 Stück

 Ab 1 VPE (105 Stück)

40201 Glas-Pipetten-Montur (TPE) für 10 ml 35,70 Euro ab 100 Stück

42005 Vierkantflaschen HDPE 50 ml

 (ohne Verschluss) 18,10 Euro ab 100 Stück

42601 Schraubkappe PP rot Dichtlippe 6,70 Euro für 100 Stück

**42005 und 42601 könnte ich aus meinen Beständen zur Verfügung stellen!**

47601 Tropfflaschen 10 ml (LDPE) 17,85 Euro für 100 Stück

47631 Tropfer-Einsatz 5,45 Euro für 100 Stück

47632 Originalitätsverschluss (LDPE) weiß 12,40 Euro für 100 Stück

44003 Laborflasche (LDPE) 30 ml rund (Kautex) 74,50 Euro für 100 Stück

161025 Erlenmeyer-Kolben 25 ml, ab 10 Stück 3,55 Euro pro Stück

**Einstufung der Reagenzien**

***Zur Einstufung der Reagenzien wurden die im Internet abgelegten Sicherheitsdatenblätter der Firma Bernd Kraft herangezogen. Der Zugriff erfolgte am 18.Mai 2021.***

**• Protein-Nachweise, auch gefahrstofffrei**

**Reagenz Signalwort GHS - Code**

Bromphenolblau-Puffer-Lösung nicht eingestuft

Milch nicht eingestuft

Joghurt nicht eingestuft

Quark nicht eingestuft

Albumin nicht eingestuft

Albumin-Lösung nicht eingestuft

Biuret-RL \* Achtung GHS 05

**• Cola auf der Tüpfelplatte (Unterscheidung Cola classic und Cola light)**

**Reagenz Signalwort GHS - Code**

Cola classic nicht eingestuft

Cola light nicht eingestuft

Cola now nicht eingestuft

stark verdünnte Phosphorsäure nicht eingestuft

Glucose – Fructose-Lösung nicht eingestuft

Methylrot-Lösung nicht eingestuft

Bromthymolblau-Lösung nicht eingestuft

Phosphat-Reagenz I Achtung GHS 05

Phosphat-Reagenz II Gefahr GHS 05, GHS 07

Kupfersulfat-Zitronensäure-Mischung Gefahr GHS 05, GHS 07, GHS 09

Natriumhydroxid, grießförmig Gefahr GHS 05

**• Iod-Nachweis im Jod-Salz**

**Reagenz Signalwort GHS - Code**

Natriumchlorid-Lösung, gesättigt nicht eingestuft

Jod-Salz-Lösung, gesättigt nicht eingestuft

Stärke-Lösung haltbar nicht eingestuft

Schwefelsäure 1 mol/l Achtung GHS 05

Kaliumiodid-Lösung (w = 5 %) Achtung GHS 08

Kaliumiodat-Lösung (c = 1/60 mol/l) nicht eingestuft

**Analytik II (Halbmikrotitration)**

***Hinweis: Salzsäure 0,1 mol/l und Natronlauge 0,1 mol/l sind mit Achtung GHS 05 und H 290 (Metall korrosiv) eingestuft. Bei Flaschen < 125 ml ist***

***keine Kennzeichnung erforderlich!***

***Die Indikatorfarbstoffe sind in Wasser gelöst, daher keine Einstufung!***

**• Säure-Base-Titration, Alternativen zum Phenolphthalein**

**Reagenz Signalwort GHS - Code**

0,1 mol/l Natronlauge nicht eingestuft

0,1 mol/l Salzsäure nicht eingestuft

Mischindikator nach Tashiro nicht eingestuft

Mischindikator nach Cooper nicht eingestuft

Bromthymolblau-Lösung nicht eingestuft

**• Gehaltsbestimmung von Ascorbinsäure**

**Reagenz Signalwort GHS - Code**

Ascorbinsäure (176 mg eingewogen) nicht eingestuft

Kaliumiodat-Lösung (c = 1/60 mol/l) nicht eingestuft

Kaliumiodid-Lösung (w = 5 %) Achtung GHS 08

Schwefelsäure 1 mol/l Achtung GHS 05

Zinkiodid-Stärke-Lösung Achtung GHS 07

**• Komplexometrie (Bestimmung von Calcium und Magnesium)**

**Reagenz Signalwort GHS - Code**

Calcium -chlorid-Lösung 0,1 mol/l nicht eingestuft

Magnesiumchlorid-Lösung 0,1 mol/l nicht eingestuft

oder Magnesiumsulfat-Lösung 0,1 mol/l nicht eingestuft

1 mol/l Natronlauge Gefahr GHS 05

Calconcarbonsäure-Mischung nicht eingestuft

Indikator-Puffer-Mischung Achtung GHS 07

Murexid-Mischung nicht eingestuft

Ammoniak-Lösung 10 % Gefahr GHS 05, GFS 07

0,1 mol/l EDTA-Lösung nicht eingestuft

**Inhalte der Skripten für die Teilnehmer**

Aus der vorliegenden Datei wurden die für die Teilnehmer relevanten Informationen zusammengestellt.

**Skript Analytik (Analytik I = Tüpfelanalytik und Analytik II = Halbmikrotitration)**

Arbeitsvorschriften: Seite 3 - 7

Herstellungsvorschriften für die Reagenzien: Seite 12 - 15

Überprüfung der Reagenzien: Seite 18 – 19

Bezugsquellen: Seite 25, für Triacetin ergänzen, kürzen

Einstufung nach GHS Seite 30 – 31

Vorbereitungen seitens der Teilnehmer Seite 34

**Skript PIN-Konzept**

Arbeitsvorschriften: Seite 8 - 11

Herstellungsvorschriften für die Reagenzien: Seite 16 -17

Überprüfung der Reagenzien: Seite 20

Bezugsquellen: Seite 25, für Triacetin ergänzen, kürzen

Theoretische Grundlagen: Seite 26 - 28

Einstufung nach GHS: Seite 32 - 33

Vorbereitungen seitens der Teilnehmer Seite 34

**Vorbereitende Arbeiten der Teilnehmer**

Es wurde versucht, die Vorbereitungen seitens der Teilnehmer weitestgehend zu minimieren.

**Skript Analytik (Analytik I = Tüpfelanalytik und Analytik II = Halbmikrotitration)**

Arbeitsvorschriften: Seite 3 - 7

Spritzflasche mit destilliertem Wasser, Becherglas für Wasser zum Abmessen mit der Spritze

Mich, Quark, Cola classic, light und now in die vorbereiteten Gefäße abfüllen

Albumin-Lösung herstellen, indem ein Löffel Albumin in die vorbereitet Tropfflasche gegeben wird mit Wasser aufgefüllt und geschwenkt wird.

Die Lösung ist nicht klar, was aber hier nicht von Bedeutung ist.

Ergänzungen

Im Rahmen der Herstellung der Sets haben wir noch einige Erfahrungen gemacht, die wir Ihnen hier nachfolgend mitteilen wollen;

**1. Calcium-Bestimmung mit EDTA:**

Es wurde zusätzlich der Indikator Murexid aufgenommen. Der Grund war, dass der Farbumschlag mit Calconcarbonsäure als Indikator bei Personen mit Rot-Grün-Blindheit schwer erkennbar ist. Dieser Indikator schlägt von orangerot nach violett um. Er ist für die Calcium-Bestimmung eher die zweite Wahl, da der Umschlag nicht ganz so scharf ist. Aus diesem Grunde wird zunächst das Wasser auf violett titriert, danach die Calcium -chlorid-Lösung zugefügt. Dann findet der Farbumschlag nach orangerot statt. Anschließend wird erneut mit EDTA-Lösung bis zum Farbumschlag nach violett titriert. Der erste Verbrauch

an EDTA-Lösung (vor Zugabe der Calcium -chlorid-Lösung wird ignoriert.

***Wichtig ist, dass nach der Zugabe der Natronlauge sofort titriert werden muss, um ein Ausfallen von Calcium -hydroxid zu vermeiden. Die Folge wären zu niedrige Werte!***

**2. Fehling –Test (PIN-Konzept und Analytik I)**

Ursprünglich haben wir damit angefangen Natriumhydroxid-Plätzchen in einer Reibschale zu einen feinen Pulver zu verreiben. Wir mussten leider die Erfahrung machen, dass innerhalb kürzester Zeit das Pulver steinhart war, aufgrund der hygroskopischen Eigenschaften von Natriumhydroxid. Deshalb stellten wir auf grießförmiges Natriumhydroxid um. Leider mussten wir hier die Erfahrung machen, das dieses von einem Metallspatel aufgrund seiner glatten Oberfläche herab rieselt und eine Unfallquelle vor allem bei Schülerexperimenten darstellt. Deshalb haben wir in den Sets Stevia-Löffel zur Zugabe beigelegt. Zukünftig werden wir Natriumhydroxid-Plätzchen empfehlen, die mit einer Pinzette zugegeben werden. Als Reaktionsgefäß empfehlen wir auch Zellkultur-Platten aus Polystyrol mit 12 oder 24 Vertiefungen

**3. Aceton-Reagenz und Schiffs Reagenz**

Das Aceton-Reagenz ist bisher nicht im Dillinger Ordner beschrieben.

Zu der Zeit als für das PIN-Konzept eine Applikation im Tüpfelmaßstab erarbeitet wurde, bestanden Unsicherheiten, ob Schiffs Reagenz aufgrund des Parafuchsin-Gehaltes noch eingesetzt werden darf. Vielfach sind an den Schulen Schiffs-Reagenz (Altbestände) vorhanden, wo keine Angaben über den Parafuchsin-Gehalt existieren. Inzwischen sind auch die Vergleichssubstanzen Formaldehyd und Acetaldehyd in der Schule verboten. Eine mögliche Alternative wäre Propionaldehyd, jedoch ein Versand verbietet sich aufgrund der Geruchsbelästigung. Weitere Alternativen wären Glutardialdehyd (Pentandial), dieses ist giftig bzw. Glyoxal (Ethandial). Auch dieses ist toxikologisch nicht unbedenklich.

Um die Carbonyl-Verbindungen differenzieren zu können, haben wir den Legal-Test („Aceton-Reagenz“) zusätzlich aufgenommen. Dieses habe ich früher als MTA im klinischen Labor zum Nachweis von Aceton im Urin verwendet habe. Es ist absolut haltbar, wenn es vor Feuchtigkeit geschützt ist. Als Vergleichssubstanzen werden Aceton und Butanon (Methylethylketon) eingesetzt, als wässrige Lösung (ca. 10 Vol. %.

**4. Vorbereitung der Teilnehmer des online Workshop Analytik I und II**

Die Autoren haben versucht, möglichst alle erforderlichen Materialien so zusammen zu stellen, dass der Aufwand der Vorbereitung vor Ort auf ein Minimum gesenkt wird.

Wir bitten die Teilnehmer, die Materialien und die Skripte nachdem diese bei Ihnen eingetroffen ist, durchzusehen und schon vorab zu prüfen, ob irgendwelche Fragen bestehen.

Wenn Fragen auftreten sollten, dann schicken Sie uns bitte beiden eine Email mit einer Telefonnummer, um dann die Fragen individuell zu klären.

wolfgang\_proske@web.de, bcschwab@web de

Wir haben sehr viel Zeit investiert in die Konzeption und Vorbereitung und wollen daher, dass der online-Workshop erfolgreich wird. Es ist der erste Workshop in dieser Art.

Deshalb sind uns auch schon im Vorfeld Ihre Fragen, Anregungen und Hinweise wichtig,

die dann möglicherweise im Workshop berücksichtigt werden können.

***Folgende Vorbereitungen sind erforderlich:***

**Analytik I (Tüpfelanalytik)**

***Protein-Nachweise, auch gefahrstofffrei*•** Milch Quark und Joghurt in die leeren Pathologiegefäße abfüllen

**•** Albumin-Lösung

2-3 Stevia-Löffel festes Albumin in die Tropfflasche geben und mit Wasser (Trinkwasser) auffüllen

Albumin-Lösung ist bei Raumtemperatur nicht lange haltbar und zersetzt sich, erkennbar an Geruchsbelästigung!!!

***Cola auf der Tüpfelplatte:***

**•** Cola classic, Cola light und Cola now (frei von Phosphorsäure) in die Tropfflaschen abfüllen. Es ist empfehlenswert, die Cola zur Entfernung von Kohlendioxid zu schütteln oder warm zu machen

**Analytik II (Halbmikrotitration)**

Spritzflasche mit **destilliertem (!) Wasser**, kein Leitungswasser, da insbesondere bei der Calcium-Bestimmung völlig falsche Werte die Folge sind!

***Gehaltsbestimmung von Ascorbinsäure*•** in das Pathologiegefäß, wo 176 mg Ascorbinsäure eingewogen sind, bitte mit der beigegebenen 10 ml Spritze 10 ml Wasser zugeben, Gefäß mit Deckel verschließen und solange umschütteln, bis die Substanz gelöst ist

**Analytik II (Halbmikrotitration)**

***Gehaltsbestimmung von Ascorbinsäure*•** in das Pathologiegefäß, wo 176 mg Ascorbinsäure eingewogen sind, bitte mit der

Spritze 10 ml Wasser geben, mit Deckel verschließen und umschütteln, bis die Substanz gelöst ist. Die Lösung ist maximal 2 Tage verwendbar!