

Ruppersberg, Klaus; Klemeyer, Horst

Lactose-Schnelltest: Wie kann man in 60 Sekunden Milchzucker nachweisen?

formal überarbeitete Version der Originalveröffentlichung in:

formally revised edition of the original source in:

Chemie konkret : CHEMKON 27 (2020) 4, S. 199-202



Bitte verwenden Sie in der Quellenangabe folgende URN oder DOI /
Please use the following URN or DOI for reference:

urn:nbn:de:0111-pedocs-215499

10.25656/01:21549

<https://nbn-resolving.org/urn:nbn:de:0111-pedocs-215499>

<https://doi.org/10.25656/01:21549>

Nutzungsbedingungen

Gewährt wird ein nicht exklusives, nicht übertragbares, persönliches und beschränktes Recht auf Nutzung dieses Dokuments. Dieses Dokument ist ausschließlich für den persönlichen, nicht-kommerziellen Gebrauch bestimmt. Die Nutzung stellt keine Übertragung des Eigentumsrechts an diesem Dokument dar und gilt vorbehaltlich der folgenden Einschränkungen: Auf sämtlichen Kopien dieses Dokuments müssen alle Urheberrechtshinweise und sonstigen Hinweise auf gesetzlichen Schutz beibehalten werden. Sie dürfen dieses Dokument nicht in irgendeiner Weise abändern, noch dürfen Sie dieses Dokument für öffentliche oder kommerzielle Zwecke vervielfältigen, öffentlich ausstellen, aufführen, vertreiben oder anderweitig nutzen.

Mit der Verwendung dieses Dokuments erkennen Sie die Nutzungsbedingungen an.

Terms of use

We grant a non-exclusive, non-transferable, individual and limited right to using this document.

This document is solely intended for your personal, non-commercial use. Use of this document does not include any transfer of property rights and it is conditional to the following limitations: All of the copies of this documents must retain all copyright information and other information regarding legal protection. You are not allowed to alter this document in any way, to copy it for public or commercial purposes, to exhibit the document in public, to perform, distribute or otherwise use the document in public.

By using this particular document, you accept the above-stated conditions of use.

Kontakt / Contact:

peDOCS
DIPF | Leibniz-Institut für Bildungsforschung und Bildungsinformation
Informationszentrum (IZ) Bildung
E-Mail: pedocs@dipf.de
Internet: www.pedocs.de

Mitglied der


Leibniz-Gemeinschaft

Lactose-Schnelltest: Wie kann man in 60 Sekunden Milchzucker nachweisen?

Klaus Ruppertsberg* und Horst Klemeyer**

[*] Klaus Ruppertsberg, IPN Kiel, Abt. Chemiedidaktik, Olshausenstr. 62,
24118 Kiel, ruppertsberg@leibniz-ipn.de

[**] Horst Klemeyer, Universität Hamburg, Lehrbeauftragter für Arbeitswissenschaften, Astweg 8,
22523 Hamburg, horst.klemeyer@uni-hamburg.de

Zusammenfassung:

Mit einer Inverter-Mikrowelle ist es möglich, eine geringe Leistung (400 W) kontinuierlich und präzise auf wässrige Lösungen in Bechergläsern einwirken zu lassen, ohne dass es dabei zu einem Siedeverzug kommt. Auf diese Weise lässt sich Lactose in Milchprodukten in 60 Sekunden durch eine Rotfärbung nachweisen, die durch eine Reaktion mit Methylamin oder 1,6-Diaminohexan (Hexamethyldiamin) in alkalischer Lösung zu Stande kommt. Letzteres ist in vielen Schulsammlungen schon vorhanden, da es für den bekannten „Nylon-Seil-Trick“ beschafft wurde.

Stichworte: Mikrowelle, Lactose, Schnelltest, 1,6-Diaminohexan, Sicherheit

Abstract:

With an inverter microwave oven, it is possible to apply continuously and accurately a low power (400 W) to aqueous solutions in beakers without causing bumping. In this way, lactose in dairy products can be detected in 60 seconds by a red color, which comes about by a reaction with methylamine or 1,6-diaminohexane (hexamethylenediamine) in alkaline solutions. The latter is already present in many school collections, as it was procured for the well-known "nylon string trick".

Keywords: Microwave oven, lactose, quick test, hexamethylenediamine, safety

Aus Gründen der Anschaulichkeit und der Nachvollziehbarkeit werden im schulischen Experimentalunterricht häufig historische nass-chemische Nachweisverfahren angewendet, wie z.B. die äußerst populäre Fehling-Probe (1848). Sie kann Aldehyde nachweisen, allerdings beim Kohlenhydratnachweis Glucose nicht von Lactose unterscheiden. Da es außerdem noch weitere Schwächen gibt (siehe z.B. [1]), stellt die Wöhlschmitt-Probe (1904) eine erhebliche Verbesserung dar [2]. Jedoch auch diese lässt sich noch weiter verbessern.

1. Ammoniak in der Wöhlkprobe durch 1,6-Diaminohexan ersetzen

Üblicherweise dauert eine Wöhlk-Probe zum Lactose-Nachweis in Milchprodukten [2] oder zum Maltose-Nachweis beim Stärkeabbau [3] bis zu 30 Minuten (Abb. 1). Dies kann in einer 45-Minuten-Unterrichtsstunde zu Zeitproblemen führen; außerdem wird eine 10%ige Ammoniaklösung verwendet, die beim Erhitzen auf über 46°C ein hohes Freisetzungsverhalten gegenüber dem gelösten Ammoniak aufweist und diesen schnell durch Ausgasen an die Umgebungsluft abgibt (Tab. 1). Die Verwendung von Ammoniak wird besonders im Geltungsbereich der RiSU [4] kritisch gesehen: Ammoniak ist ein leicht entzündbares Gas (H221), beim Einatmen giftig (H331) und ätzend (EUH071) und kann zudem Haut und Augen (H314) schädigen. Beim Umgang mit 10%iger Ammoniaklösung ist demzufolge die Arbeit unter dem Abzug und die Nutzung persönlicher Schutzausrüstung wie Schutzhandschuhe und Schutzbrillen professionell und unverzichtbar [5].



Abb. 1: Übliche Wöhlkprobe im Wasserbad bei 60 °C unter dem Abzug

Noch professioneller ist es allerdings, nach einem Ersatzstoff Ausschau zu halten, der eine geringere Gefährdung bietet [4,6,7,8]. Seit 1942 wird für den Lactose- und Maltosenachweis vor allem im englischen Sprachgebiet Fearon's Test [9,10] angewendet, bei dem eine wässrige Lösung von Methylamin-Hydrochlorid durch Natriumhydroxid stark alkalisch eingestellt wird; dabei muss ein pH-Wert von 12,5 -13 erreicht werden [11]. Methylamin-Hydrochlorid ist zwar für Schülerexperimente in der Sekundarstufe I (S4K) zugelassen [8] und im Handel relativ preiswert (100 g ca. 20 €) erhältlich, ist jedoch beim experimentellen Schulunterricht nicht üblich und somit in den Schulsammlungen zumeist nicht vorhanden. Daher ist es umso erfreulicher, dass durch systematische Untersuchungen eine Alternative gefunden werden konnte, die bereits in vielen Chemiesammlungen vorhanden ist: 1,6-Diaminohexan (Hexamethylendiamin) wird üblicherweise für den „Nylon-Seil-Trick“ [12] verwendet.

Die verdünnte wässrige Lösung von 1,6-Diaminohexan gast unter den Bedingungen der Nachweisreaktion nur im vernachlässigbaren Umfang aus und bildet somit keine gefährliche Atmosphäre. Auch die übliche Geruchsbelästigung von Aminen unterbleibt: Bei Experimentalvorträgen konnten einige Teilnehmer keinen Geruch feststellen, andere bemerkten einen leichten Geruch von „getragenen Socken“.

Tabelle 1: Vergleich der Gefahren durch Ausgasen bei Verwendung von Ammoniaklösung (10%), Methylamin und 1,6-Diaminohexan nach den Kriterien des GHS-Spaltenmodells [7] zur Substitution

wässrige Lösungen (Gemische)		GHS-Kennzeichnung der Gase und Dämpfe (Reinstoffe)								
Name	ZVG	CAS	physikalisch-chemische Gefahren	Freisetzungsverhalten (Ausgasen) bei 60°C	Gefahr beim Einatmen	Chronische Gesundheitsgefahren	Gefahr bei Hautkontakt	Gefahr bei Augenkontakt	Gefahr beim Verschlucken	Umweltgefahren
NH ₃ 10%ige Lösung	1750.004	7664-41-7	sehr hohe Gefahr H221 H290	hohe Gefahr T _(2hPa) < 0°C T _(10hPa) = 11°C T _(50hPa) = 46°C T _(250hPa) = 84°C	hohe Gefahr H331 EUH071	vernachlässigbare Gefahr	hohe Gefahr H314		vernachlässigbare Gefahr	sehr hohe Gefahr H400 WGK2
NH ₂ CH ₃ 0,025 mol/L	16060.002	74-89-5	sehr hohe Gefahr H220	vernachlässigbare Gefahr T _(2hPa) = 65°C T _(10hPa) > 100°C	mittlere Gefahr H332 H335	vernachlässigbare Gefahr	geringe Gefahr H315	mittlere Gefahr H318	mittlere Gefahr H302	vernachlässigbare Gefahr
1,6-Diaminohexan 0,025 mol/L	14670	124-09-4	vernachlässigbare Gefahr	vernachlässigbare Gefahr	geringe Gefahr H335	vernachlässigbare Gefahr	mittlere Gefahr H312 H314		mittlere Gefahr H302	geringe Gefahr WGK1

Tabelle 1 zeigt klar und deutlich, dass die zur Wahl stehenden Methoden von oben nach unten besser werden. Bei der Wöhlprobe im Wasserbad kann die Ammoniaklösung (w=10%, c=5,6 mol/L) durch Fearon's Test mit Methylamin [9] ersetzt werden, und dieser durch eine Lösung von 1,6-Diaminohexan (c=0,025 mol/L), die mit Natronlauge (c=0,1 mol/L) auf den pH-Wert 13 eingestellt ist (Anleitung siehe Kasten).

2. Anwendung einer 1,6-Diaminohexan-Lösung in der Inverter-Mikrowelle

Weiterhin eignet sich die 1,6-Diaminohexan-Lösung für eine Anwendung in der Inverter-Mikrowelle, die zu einem wesentlich schnelleren Ergebnis kommt, nämlich bereits nach 60 Sekunden.

Dass Mikrowellen zu einer Reaktionsbeschleunigung führen, wenn polare Teilchen beteiligt sind, ist bekannt (siehe z.B. [13]). Nicht von ungefähr werden daher in professionellen Laboren Labormikrowellen eingesetzt, die ab 1000 Euro aufwärts zu erwerben sind. Bei diesen Profi-Geräten kommen drucksicher verschließbare Gefäße zum Einsatz, bei denen Siedeverzüge keine Rolle spielen. Für den Einsatz in Schulen sind derartige Geräte aber nicht konzipiert und deren Anschaffung ist aufgrund der Kostenhöhe eher unwahrscheinlich. Die logische Frage: „Geht es auch mit einer Haushaltsmikrowelle?“ lässt sich dank der Inverter-Technologie heute einfacher mit einem vorsichtigen „Ja“ beantworten: Bislang wurden Haushaltsmikrowellen im Unterricht eher mit Hochtemperatur-Chemie (siehe z.B. [14]) in Verbindung gebracht, im vorliegenden Beispiel geht es jedoch um die Beschleunigung einer Reaktion, die bei einer Temperatur unterhalb des Siedepunktes

von Wasser stattfindet. Bei „früher“ (und heute noch) üblichen getakteten Geräten, erkennbar am höheren Geräuschpegel bei Einsetzen des Magnetrons, wird die Leistungsverminderung lediglich durch Pausieren des Magnetrons „geregelt“, d.h. das Gerät arbeitet 30 Sekunden mit voller Leistung (800 W) und pausiert dann 30 Sekunden (0 W), das sind zwar im Durchschnitt 400 W; empfindliche Speisen wie z.B. Fisch sind dann aber lokal verbrannt oder kleine Flüssigkeitsmengen übergekocht, verspritzt oder verdampft. Dies lässt sich durch vorsichtigen Einsatz einer präzise regelbaren Inverter-Mikrowelle verhindern. Merkwürdigerweise werden die Vorteile von Inverter-Mikrowellen in Elektro-Märkten kaum beworben und diese Geräte lassen sich oft nur durch gezielte Suche finden. Inverter-Mikrowellen sind schon unter 100 Euro erhältlich und sind meist recht unauffällig mit „inverter technology“ beschriftet. Sie werden mit und ohne Drehteller angeboten. Da die Energieverteilung im Garraum sehr ungleichmäßig erfolgt (vom „Schatten“ bis zum „Hotspot“), sollte auf einen Drehteller nicht verzichtet werden. Dieser sollte sich während des Reaktionsablaufs mindestens einmal komplett drehen. Die benötigte Zeit und die gewählte Leistung hängen von der Füllung des Garraumes ab. An dieser Stelle sind etwas Tüftlei und mindestens ein Probelauf erforderlich. Im vorgestellten Beispiel wurden für viermal 10 mL Flüssigkeit die Einstellungen 60 Sekunden und 400 W gewählt; bei mehr Proben im Garraum wird eine höhere Leistung benötigt. Eine kürzere Laufzeit und höhere Leistung erbrachten nur eine ungenügende Farbreifung. Ganz allgemein sollten in Mikrowellengeräten keine Reagenzgläser verwendet werden, sondern nur breite Gefäße wie Kristallisierschalen oder Bechergläser. Dadurch können Überkochen und Zufallsergebnisse (Schatten oder Hotspot) verhindert werden.



Abb. 2: Inverter-Mikrowelle (Haushaltsgerät), mit Drehteller, Einstellung 400 W

3. Wasserbad der Wöhlkprobe durch Inverter-Mikrowelle ersetzen und Ammoniak substituieren

Mit dem hier vorgestellten Gerät, einer Inverter-Mikrowelle (Abb. 2) der Firma LG, Typ LG MS 23 NECBW (Kaufdatum 11.1.2019, Preis: 99,00 Euro) ist es möglich, die abgegebene Leistung kontinuierlich auf 400 W zu beschränken und einen Lactose-Schnelltest in 60 Sekunden durchzuführen.

Wichtig ist, **breite** Gefäße (wie z.B. Bechergläser oder Kristallisierschalen) zu verwenden. Reagenzgläser sind ungeeignet, da sie zu schmal sind und somit Siedeverzüge begünstigen.

Eine Ammoniaklösung als Reagenz ist auch für die Inverter-Mikrowelle ungeeignet, denn sie gast beim Erhitzen stark aus und dem Experimentator käme beim Öffnen des Garraumes ein giftiger und ätzender Ammoniak-Schwall entgegen. Eine Lösung von 1,6-Diaminohexan hat sich als Mittel der Wahl herausgestellt, Methylammoniumchlorid aus dem Fearon-Test [9] wäre auch geeignet.

Weiterhin ist es wichtig, dass das Gerät über einen funktionierenden Drehteller verfügt, denn die Mikrowellenstrahlung durchquert den Garraum nicht gleichmäßig, sondern chaotisch. In der gewählten Zeitspanne sollte der Drehteller mindestens eine komplette Drehung ausführen.



Abb. 3: Garraum der Inverter-Mikrowelle: A) Vollmilch, B) lactosefreie Milch, C) Lactose-Lsg. 1%, D) Glucose-Lsg. 1%, jeweils 5 mL, zusammen mit je 5 mL alkalischer 1,6-Diaminohexan-Lösung, $c=0,025$ mol/L.



Abb. 4: Nach 60 Sekunden bei 400 W: Lactosenachweis durch Rotfärbung in Gefäß A und C!

4. Vorgehensweise

Tipps zur Herstellung einer Fertiglösung:

1,6-Diaminohexan ($M=116,21 \text{ g/mol}$, Dichte: $0,89 \text{ g/cm}^3$) ist ein Feststoff, der während der Lagerung üblicherweise verklumpt. Um dennoch 500 mL einer Vorratslösung (braune Flasche mit Schraubverschluss) herzustellen, empfiehlt sich folgende Vorgehensweise: Die Vorratsflasche mit dem verklumpten 1,6-Diaminohexan wird (ähnlich wie bei auskristallisiertem Honig) für ca. 1 Std. in ein genügend großes Becherglas mit ca. $60 \text{ }^\circ\text{C}$ heißem Wasser gesetzt. Dabei wird ein Teil des Feststoffes flüssig. Mit einer Plastikspritze zieht man ca. 1,7 mL der Flüssigkeit auf und gibt sofort 1,45 g in eine austarierte Braunglasflasche, die auf einer Laborwaage steht und 500 mL fasst. Anschließend gibt man 500 mL Natronlauge ($c = 0,1 \text{ mol/L}$) hinzu und vermischt vorsichtig und gründlich. Auf diese Weise erhält man eine Vorratslösung, die auf einen pH 13 voreingestellt ist und eine Konzentration von $c=0,025 \text{ mol/L}$ an 1,6-Diaminohexan besitzt. Bitte sorgfältig beschriften und das Datum der Herstellung dazuschreiben (Haltbarkeit ca. 6 Monate).

Von der 1,6-Diaminohexan-Lösung (Herstellung siehe Kasten) gibt man je 5 mL in vier beschriftete Bechergläser (Abb. 4), die schon jeweils 5 mL A) Vollmilch, B) lactosefreie Milch, C) Lactose-Lsg. 1%, D) Glucose-Lsg. 1% enthalten.

Mit der Einstellung „400 W“ und „60 sec“ gibt man die Bechergläser in die Inverter-Mikrowelle (Abb. 3) und entnimmt die heißen Gläser mit einer Tiegelflange oder einem Handschuh.

Die Rotfärbung (Abb. 4) zeigt die Anwesenheit von Lactose an. Glucose und andere reduzierende Monosaccharide ergeben nur eine gelbe Färbung, ebenso deren Umlagerungsprodukte (z.B. Fructose,

Sorbose, ...), die sich im alkalischen Milieu durch Lobry-de-Bruyn-van-Ekenstein-Umlagerungen bilden. Bei der UV-Vis-Spektrometrie der farblichen Ergebnisse von reinen Zuckerlösungen (Abb. 5) ergab sich im Wellenlängenbereich zwischen 450-650 nm, dass bei der Reaktion von Glucose mit 1,6-Diaminohexan kein roter Farbstoff gebildet wird, während Lactose und 1,6-Diaminohexan im untersuchten Bereich ein Maximum bei 550 nm liefert. Die Reaktion von Lactose mit Methylamin liefert ein Maximum bei 541 nm. Die Blauverschiebung dies lässt sich durch den geringeren elektronenschiebenden Effekt einer Methylgruppe vs. Aminohexylgruppe erklären. Die Natur des roten Farbstoffe ist schon sehr weit geklärt, aktuelle Arbeiten hierzu siehe [15,16].

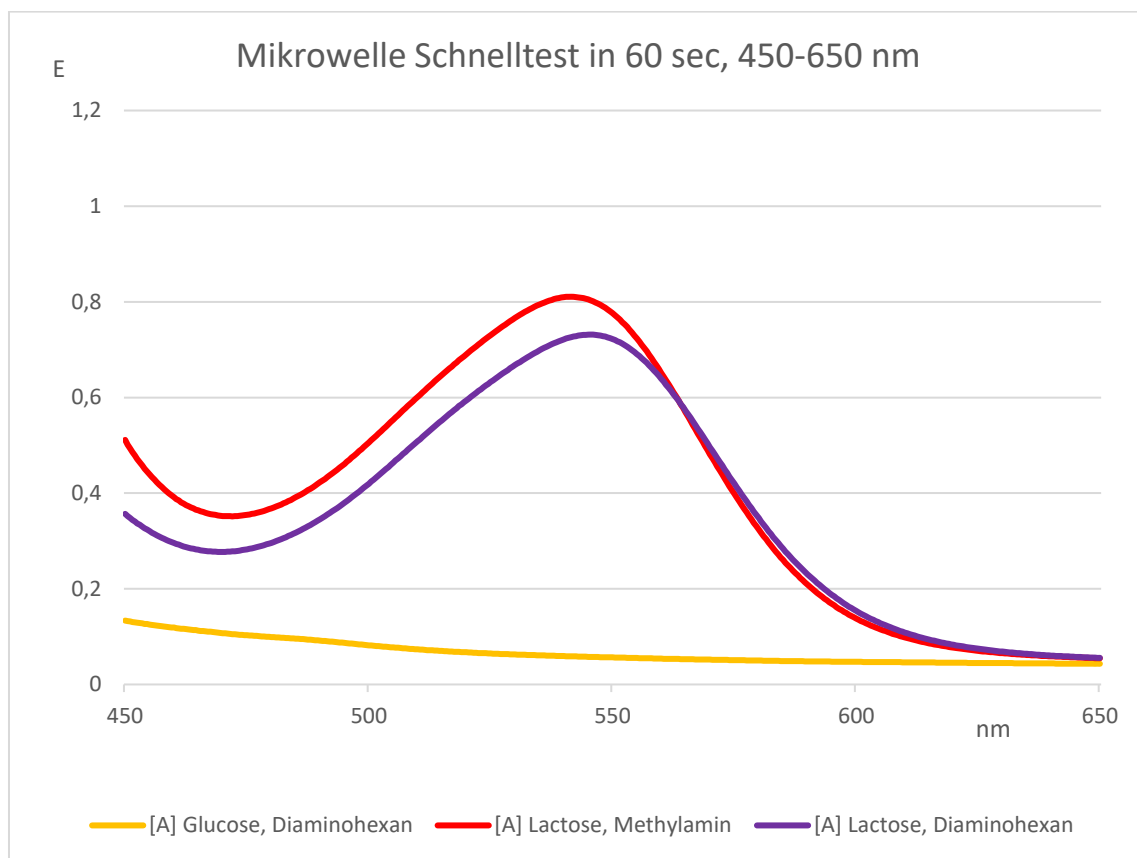


Abb. 5: Untersuchung mit UV-Vis-Spektrometer, Lösungen jeweils $c=0,025$ mol/L

5. Fazit

Experimente im Chemieunterricht unterliegen aufgrund des verbreiteten 45-Minuten-Rasters oft einem gewissen Zeitdruck. Mit einer Mikrowelle lassen sich –wie auch im professionellen Labor– Reaktionen beschleunigen. Allerdings sollten wässrige Lösungen nicht mit einer getakteten Mikrowelle, sondern mit einer Inverter-Mikrowelle erwärmt werden, weil diese präziser regulierbar ist. Außerdem sollten breite Gefäße wie Bechergläser und Kristallisierschalen anstelle von (schmalen) Reagenzgläsern verwendet werden. Ausgasende Stoffe wie z.B. Ammoniak, sind zu vermeiden. Die

Nutzung der beiden Amine Methylamin und 1,6-Diaminohexan, die geringere Konzentration und die Verwendung der Mikrowelle sind ein Paradebeispiel für eine Substitutionsprüfung, bei der die Ersatzstoff- und die Ersatzverfahrensprüfung sinnvoll aufeinander abgestimmt sind.

Dank für Unterstützung und Beratung geht an Prof. Dr. Dr. Ilka Parchmann, IPN Kiel, und an Prof. Dr. Maike Busker, EUF Flensburg.

6. Literatur

- [1] Fleischer, H. (2017). Fehlinterpretation der Fehling-Probe auf reduzierende Zucker. *CHEMKON* **24/1**, 27-30.
- [2] Ruppertsberg, K., Hain, J. (2016). Wie kann der Lactosegehalt von Milchprodukten im Schulexperiment sichtbar gemacht werden? *CHEMKON* **23/2**, 90–92.
- [3] Ruppertsberg, K. (2016). Stärkeverdauung durch Speichel: Was kommt eigentlich dabei heraus? *MNU Journal* **201/5**, 325–328.
- [4] Richtlinie zur Sicherheit im Unterricht (RiSU), <https://www.kmk.org/service/servicebereich-schule/sicherheit-im-unterricht.html> (letzter Zugriff am 20.10.2019).
- [5] Sicherheitsdatenblatt Ammoniaklösung 10%, z.B. https://www.carlroth.com/downloads/sdb/de/6/SDB_6756_AT_DE.pdf (letzter Zugriff am 20.10.2019).
- [6] Klemeyer, H. (2019). Sicheres Experimentieren – Das Ausgasen von Gefahrstoffen aus ihren wässrigen Lösungen. *CHEMKON* **26/4**, 171–172.
- [7] Institut für Arbeitsschutz der DGUV (2017). Das GHS-Spaltenmodell 2017. Eine Hilfestellung zur Substitutionsprüfung nach Gefahrstoffverordnung.
- [8] Deutsche Gesetzliche Unfallversicherung e.V. (2019). DGUV Information 213-098 Stoffliste zur DGUV Regel 113-018 „Unterricht in Schulen mit gefährlichen Stoffen“, 1–108.
- [9] Fearon, W. R. (1942). The detection of lactose and maltose by means of methylamine. *The analyst* **67/793**, 130–132.
- [10] Ruppertsberg, K. (2016). Dem Milchzucker auf der Spur - eine europäische Detektivgeschichte. *PdN Chemie in der Schule* **65/8**, 30–33.
- [11] Nickerson, T. A., Vujicic, I. F., Lin, A. Y. (1976). Colorimetric Estimation of Lactose and Its Hydrolytic Products. *Journal of Dairy Science* **59/3**, 386–390.
- [12] Verband der Chemischen Industrie e.V. (o.J.). Textilchemie-Versuche. *FCI_Textil_Versuche_131206_RZ*. <https://www.vci.de/vci/downloads-vci/textilchemie-versuche.pdf> (letzter Zugriff am 20.10.2019).
- [13] Dallinger, D. (2013). Mikrowellen in der Organischen Synthese. *ChiuZ* **47/6**, 356–366.
- [14] Lühken, A., Bader, H. J. (2001). Hochtemperaturchemie im Haushalts-Mikrowellenofen. *CHEMKON* **8/1**, 7–14.
- [15] Kussler, M. W., Ruppertsberg, K. (2019). Der Farbstoff aus der Wöhlk-Probe. Eine Schutzgruppe in Position 4 der Glucose reicht, damit sich die alkalische Zuckerlösung mit Ammoniak oder Methylamin verfärbt. *Nachr. Chem.* **67/2**, 63–65.
- [16] Ruppertsberg, K., Herzog, S., Kussler, M., Parchmann, I. (2019). How to visualize the different lactose content of dairy products by Fearon’s test and Woehlke test in classroom experiments and a new approach to the mechanisms and formulae of the mysterious red dyes. *Chemistry Teacher International*, online ahead of print, DOI: 10.1515/cti-2019-0008