

Bestimmung des Eisengehalts in Lebensmitteln

1. Einführung

Der Eisengehalt in Lebensmitteln (LM) kann bestimmt werden, indem eine genau abgewogene Menge eines bestimmten Lebensmittels (Pfifferling, Spinat, Petersilie) getrocknet und verascht wird.

Das in der Asche enthaltene Fe^{3+} wird anschließend quantitativ in eine farbige Verbindung überführt.

Der Eisengehalt der LM-Probe kann nun auf zwei Arten ermittelt werden:

- ❖ durch Vergleich der Farbintensität der LM-Probe mit Vergleichslösungen (= kolorimetrische Analyse)
- ❖ durch Messung der Lichtabsorption mit dem Absorptionsphotometer

Als Farbreaktion eignet sich die Umsetzung von Eisen-(III)-Ionen mit Thiocyanat-Ionen zu rotem Eisenthiocyanat.



Eisen-III-chlorid	Ammoniumthiocyanat	Fe-III-Thiocyanat	Ammoniumchlorid (roter Komplex)
-------------------	--------------------	-------------------	------------------------------------

2. Durchführung

2.1 Vorbereitung

Wiegen Sie genau 2 g des frischen Lebensmittels (= 0,8 g getrocknetes LM) ab.

Die LM-Probe wird ca. 20 Minuten bei 120 °C im Trockenschrank getrocknet.

Anschließend wird die getrocknete Probe im Tiegelofen verascht.

2.2 Herstellung der Vergleichslösungen

Stellen Sie eine Vergleichslösung mit einem genau definierten Eisengehalt her.

Lösen Sie dazu 0,1 g Eisen(III)-chlorid in entmineralisiertem Wasser auf und füllen Sie den Messkolben genau auf 100 ml auf. Von dieser Vergleichslösung pipettieren Sie 10 ml in ein Reagenzglas (Stammlösung).

Stellen Sie nun eine Verdünnungsreihe von dreimal 1: 10 her, indem Sie von der Stammlösung 1 ml in ein Reagenzglas pipettieren und mit 9 ml Salzsäure $w = 5\%$ vermischen (1. Verdünnung).

Diesen Vorgang wiederholen Sie mit der 1. Verdünnung, bis Sie ein Verdünnungsverhältnis von 1 : 1.000 erreichen.

Um genauere Ergebnisse zu erhalten, ist es sinnvoll, noch Zwischenstufen der Verdünnung 1 : 2, 1 : 20 und 1 : 200 herzustellen. Das Volumen der Verdünnungen beträgt jeweils 10 ml.

Stellen Sie 10 g einer Ammoniumthiocyanat-Lösung mit $w = 20\%$ her.

In jedes der Reagenzgläser geben Sie 3 Tropfen dieser NH_4SCN -Lösung.

Bestimmung des Eisengehalts in Lebensmitteln

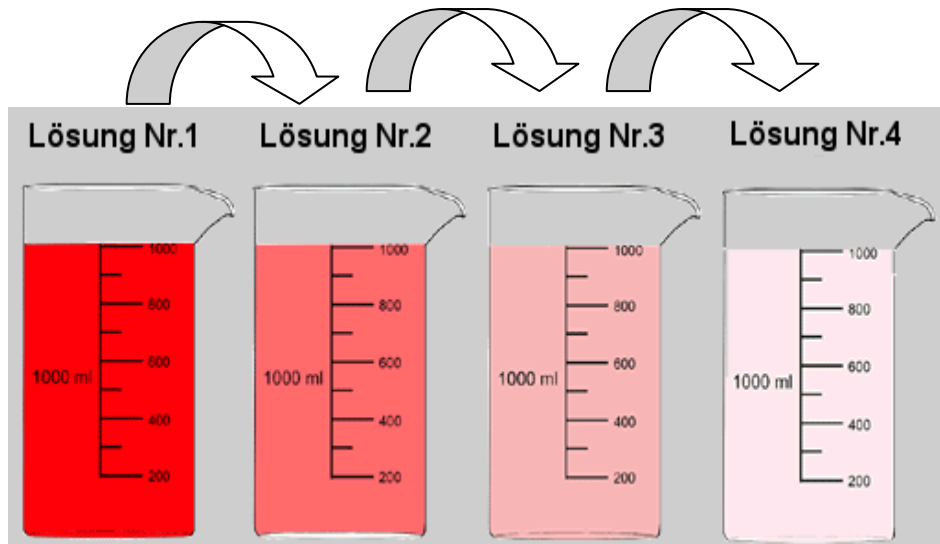


Abbildung 1

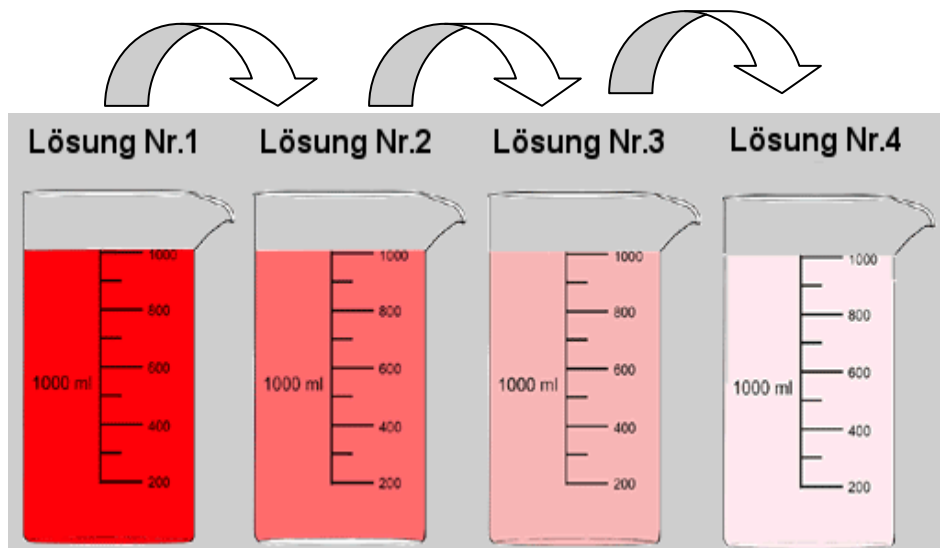


Abbildung 2

Lösung	Verdünnungs- verhältnis zur Stammlösung	Konzentration der Lösung an Fe^{3+} -Ionen in mg/10 ml	Verdünnungsverhältnis zur vorhergehenden Lösung
Stammlösung	unverdünnt		unverdünnt
1. Verdünnung	1 : 10		
2. Verdünnung	1 : 100		
3. Verdünnung	1 : 1.000		
1. Verdünnung	1 : 2		
2. Verdünnung	1 : 20		
3. Verdünnung	1 : 200		

Bestimmung des Eisengehalts in Lebensmitteln

2.3 Bestimmung des Eisengehalts in der Probe

In die kalte veraschte LM-Probe gibt man ca. 2 ml halbkonzentrierte Salzsäure. Die entstandene Lösung wird durch einen Faltenfilter in ein Reagenzglas filtriert. Der Tiegel wird dreimal mit je 2 ml demineralisiertem Wasser gefüllt. Das Wasser wird jedes Mal in das Reagenzglas filtriert.

Nun wird das Reagenzglas auf 10 ml aufgefüllt.

Zu der gelösten LM-Probe werden 3 Tropfen der NH_4SCN -Lösung gegeben und die Rotfärbung beobachtet.

2.3.1 Kolorimetrische Analyse

Aus der Intensität der Rotfärbung kann man mit Hilfe der Vergleichslösungen die Konzentration an Eisen-III-chlorid in g/ml abschätzen und die Masse an Eisen-III-Ionen berechnen.

2.3.2 Fotometrische Bestimmung der Eisenkonzentration

Die Messung erfolgt mit dem an der Schule vorhandenen Fotometer.

Das Absorptionsmaximum für Eisenthiocyanat beträgt 474 nm.

Messung der Absorption der verschiedenen konzentrierten Eisenthiocyanat-Lösungen und der Probe beim ermittelten Absorptionsmaximum.

	Stamm- lösung	1. Verd. 1 : 10	2. Verd. 1 : 100	3. Verd. 1 : 1.000	Verd. 1 : 2	Verd. 1 : 20	Verd. 1 : 200	LM- Probe
Extinktion								
Konzentration β (FeCl_3) in g/l								

Erstellen Sie ein Konzentrations-Absorptionsdiagramm (X-Achse: Konzentration an Fe^{3+} -Ionen ; Y-Achse: Absorption).

Ermitteln Sie grafisch aus der Kalibriergeraden die Konzentration β (FeCl_3) der LM-Probe.

Auswertung:

1. Erstellen Sie ein vollständiges Versuchsprotokoll.
2. Berechnen Sie aus dem Eisenchloridgehalt der Stamm-Lösung β (FeCl_3) = 1 g/l den Gehalt an Eisen-III-Ionen in der zu bestimmenden LM-Proben-Lösung (x g Eisen/10 ml).

Hinweis: Zusammensetzung von Eisen-III-chlorid: $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$

3. Geben Sie den Eisengehalt der Lebensmittelprobe an (mg/100 g) und vergleichen Sie Ihr Ergebnis mit dem Wert in der NWT.

Hinweis: 0,8 g getrocknete Petersilie \approx 2 g frischer Petersilie

4. Weshalb muss die Lebensmittelprobe mit Salzsäure versetzt werden?
Formulieren Sie die dazugehörige Reaktionsgleichung.
5. Welche chemische Reaktion läuft beim Veraschen ab?