

Halbquantitativer Ligninnachweis

Geräte:

- Waage
- Mörser und Pistill
- Spatel
- Kolbenpipette
- Stoppuhr
- Messzylinder (10 mL)
- Maßkolben (250 mL)
- Pipetten (5 mL)
- Magnetrührer
- Messzylinder

Chemikalien:

- Kaliumpermanganat-Lösung ($c=0,02 \text{ mol/L}$)
- Schwefelsäure ($c=2 \text{ mol/L}$)
- Ligninsulfanat-Natrium
- Holzfrees Schreibpapier
- Eierkartonmaterial
- Seidenpapier
- Seesand

Probenvorbereitung:

0,1 g Probenmaterial wird mit etwas Seesand und 5 mL destilliertem Wasser in einem Mörser mit einem Pistill sehr fein zermörsert. Das Gemisch wird in einen Maßkolben überführt, mit 5 mL destilliertem Wasser nachgewaschen und mit destilliertem Wasser auf 100 mL aufgefüllt.

Auf diese Weise stellt man die Probelösung von Eierkartonmaterial, Seidenpapier und holzfreiem Schreibpapier her; korrekterweise müsste man Ligninsulfonsäure auf gleiche Weise vorbereiten.

Herstellung der Reagenzlösung:

Es werden 25 mL Kaliumpermanganat-Lösung mit 25 mL verdünnter Schwefelsäure gemischt und aufbewahrt.

Durchführung:

Der Ansatz aus dem Maßkolben wird vollständig in einen Erlenmeyerkolben überführt, 10 mL der schwefelsauren Kaliumpermanganat Lösung zugeführt und auf dem Magnetrührer mit einem Rührfisch gerührt. Nach drei sowie fünf Minuten werden die Beobachtungen notiert.

Beobachtung:

Schon nach kurzer Zeit beginnen sich die Ansätze von lila nach braun hin zu verfärben, lediglich der Ansatz mit Schreibpapier behält weitgehend die ursprüngliche Rotfärbung.

Auswertung:

Die Ligninsulfonat-Natrium-Lösung – als Modellsubstanz für Lignin- zeigt einen hohen Kaliumpermanganatumsatz, aber auch Eierkarton und Seidenpapier enthalten viel Lignin. Holzfrees Schreibpapier hat einen minimalen Verbrauch an Kaliumpermanganat-Lösung, es enthält praktisch kein Lignin, da „holzfrei“.

Kaliumpermanganat wird bis zur Stufe des Mangandioxids (Braunstein) reduziert. Es lassen sich demnach „Je...desto...“- Beziehungen formulieren. Selbstverständlich ist dieses Redoxgeschehen nicht spezifisch für Lignin, jedoch lassen sich qualitative Unterschiede gut erkennen.

Sachinformation:

Die beschriebene Versuchsreihe hat ein quantitatives Verfahren als Grundlage. Es dient zur Bestimmung des Ligningehaltes des Faserbreies während des Holzaufschlusses. Die im Brei vorhandene Cellulose- und Hemicelluloseanteile reagieren mit Permanganat-Ionen deutlich langsamer.

Nach einer definierten Zeit wurde die Reaktion gestoppt durch Zugabe von Kaliumiodid und das freigesetzte Iod mit Natriumthiosulfat zurücktitriert. Bezugsgröße war 1 g getrocknete Probe. Das Ergebnis entspricht dem Verbrauch an eingesetzter Kaliumpermanganat-Lösung. Diese Methode wird heutzutage wegen mangelnder Validität sehr kritisch diskutiert und durch instrumentell-analytische Verfahren (NMR-Spektroskopie) ersetzt.

Quelle:

Pfeifer, Petra; Sommer, Katrin. Versuch zum halbquantitativen Ligninnachweis. *Naturwissenschaften im Unterricht. Chemie*, 25(141), 49-50.