Kupferbestimmung in Wein

Autor(en): **Fellenberg, Th. von / Werder, J.**

Objekttyp: **Article**

Zeitschrift: **Mitteilungen aus dem Gebiete der Lebensmitteluntersuchung und Hygiene = Travaux de chimie alimentaire et d'hygiène**

Band (Jahr): **23 (1932)**

Heft 1-2

PDF erstellt am: **25.05.2024**

Persistenter Link: https://doi.org/10.5169/seals-983174

Nutzungsbedingungen

Die ETH-Bibliothek ist Anbieterin der digitalisierten Zeitschriften. Sie besitzt keine Urheberrechte an den Inhalten der Zeitschriften. Die Rechte liegen in der Regel bei den Herausgebern.
Die auf der Plattform e-periodica veröffentlichten Dokumente stehen für nicht-kommerzielle Zwecke in Lehre und Forschung sowie für die private Nutzung frei zur Verfügung. Einzelne Dateien oder Ausdrucke aus diesem Angebot können zusammen mit diesen Nutzungsbedingungen und den korrekten Herkunftsbezeichnungen weitergegeben werden.
Das Veröffentlichen von Bildern in Print- und Online-Publikationen ist nur mit vorheriger Genehmigung der Rechteinhaber erlaubt. Die systematische Speicherung von Teilen des elektronischen Angebots auf anderen Servern bedarf ebenfalls des schriftlichen Einverständnisses der Rechteinhaber.

Haftungsausschluss

Alle Angaben erfolgen ohne Gewähr für Vollständigkeit oder Richtigkeit. Es wird keine Haftung übernommen für Schäden durch die Verwendung von Informationen aus diesem Online-Angebot oder durch das Fehlen von Informationen. Dies gilt auch für Inhalte Dritter, die über dieses Angebot zugänglich sind.

Ein Dienst der *ETH-Bibliothek*
ETH Zürich, Rämistrasse 101, 8092 Zürich, Schweiz, www.library.ethz.ch

http://www.e-periodica.ch

rischen Auszug wird der Aether abgedunstet und die Reaktion mit Millons-Reagens vorgenommenn (gefunden 2,5 mg). Der alkalische Auszug wird auf dem Wasserbad wie angegeben mit Permanganatlösung behandelt, die abgekühlte und wieder farblos gemachte Lösung einmal mit 30 und dreimal mit 20 cm^3 Aether ausgeschüttelt, dreimal mit 5 cm^3 destilliertem Wasser gewaschen, der Aether abgedunstet und die Probe auf Benzoesäure ausgeführt (gefunden 3 mg).

II. Die Probe auf p-Chlorbenzoesäure wird wie unter *c* angegeben ausgeführt. (Probe kräftig positiv.)

Es gelingt somit auf diese Weise bei gleichzeitiger Anwesenheit verschiedener Frischerhaltungsmittel die einzelnen Stoffe qualitativ nachzuweisen.

Zusammenfassung.

1. Es wird gezeigt, dass es mit den beschriebenen Untersuchungsmethoden gelingt einen Zusatz von $^1/_3{}^0/_{00}$ Salicylsäure, Benzoesäure, p-Oxybenzoesäureester sowie von $^1/_4{}^0/_{00}$ p-Chlorbenzoesäure zu Schmelzkäse qualitativ nachzuweisen.

2. Die Arbeitsmethode wird beschrieben, die gestattet, die angeführten Frischerhaltungsmittel bei ihrer gleichzeitigen Anwesenheit in Schmelzkäse in einer Konzentration von $^1/_3{}^0/_{00}$ noch deutlich einzeln nachzuweisen.

Kupferbestimmung in Wein.

Von Dr. TH. von FELLENBERG.

(Aus dem Laboratorium des eidgenössischen Gesundheitsamtes, Vorstand: Prof. Dr. J. Werder.)

Die 3. Auflage des Schweizerischen Lebensmittelbuches schreibt zur Bestimmung von Kupfer in Wein die elektrolytische Methode vor, sei es im Wein selbst oder in der Asche nach Aufschliessen mit Schwefelsäure und Salpetersäure.

Die elektrolytische Bestimmung erfordert nun aber relativ viel Ausgangsmaterial. Unter Verwendung von 50 cm^3 Wein kommen bei dem erlaubten Grenzwert von 10 mg Kupfer im Liter nur 0,5 mg zur Wägung, was viel zu wenig für eine genaue Bestimmung ist; auch bei Verwendung von einigen 100 cm^3 ist die zur Bestimmung gelangende Menge noch sehr gering, abgesehen davon, dass man oft nicht über so viel Material verfügen wird. Ich habe daher ein jodometrisches Verfahren ausgearbeitet, welches mit sehr kleinen Mengen noch genaue Resultate liefert.

Das Verfahren gründet sich in Auslehnung an meine titrimetrische Zuckerbestimmung[1]) darauf, dass Kupferoxydul in einer Mischung von Kochsalz und Salzsäure löslich ist und sich nach Abstumpfen der Säure durch Natriumbicarbonat mit Jod titrieren lässt. Das Kupfer scheidet man nach der nassen Verbrennung zunächst als Sulfid ab, führt dieses in das Sulfat über und reduziert mit Traubenzucker zu Kupferoxydul. Die Vorschrift lautet:

50 cm^3 Wein werden auf ungefähr 20 cm^3 eingedampft, mit wenig Wasser in einen Kjeldahlkolben von 100 cm^3 Inhalt übergeführt und mit 1,5 cm^3 konzentrierter Schwefelsäure und 5 cm^3 konzentrierter Salpetersäure versetzt und sorgfältig bis zur beginnenden Bräunung erhitzt. Man verbrennt unter portionenweisem Zusatz kleiner Salpetersäuremengen zu Ende. Schliesslich wird in die etwas abgekühlte Lösung 1—2 cm^3 Perhydrol gebracht, um die letzten Spuren Salpetersäure zu zerstören. Man erhitzt nochmals bis zum Entweichen weisser Nebel.

Die Lösung wird mit ungefähr 10 cm^3 Wasser in ein Reagensglas aus Jenaerglas gespült und mit Schwefelwasserstoff gesättigt. Man lässt stehen, bis der Niederschlag sich gut zusammengeballt hat, zentrifugiert scharf aus und giesst die überstehende Flüssigkeit ab. Der Niederschlag wird, ohne ihn zu waschen, mit 2 Tropfen Perhydrol versetzt und nahezu zur Trockne verdampft, um einerseits das Sulfit zu Sulfat zu oxydieren und andererseits den Ueberschuss an Perhydrol möglichst zu entfernen. Man löst den Rückstand in ca. 1 cm^3 Wasser, fügt 1—2 mg Traubenzucker hinzu, versetzt mit 1—2 cm^3 Fehling'scher Seignettesalzlösung (Fehling'sche Lösung II) und erhitzt bis zur Ausscheidung des Kupferoxyduls. Ein zu langes Erhitzen ist zu vermeiden. Der Traubenzucker muss unbedingt vor der Seignettelösung zugefügt werden, da sich sonst wegen des noch vorhandenen Wasserstoffperoxyds Cuprihydroxyd ausscheidet, welches sich der Bestimmung entzieht.

Das ausgeschiedene Kupferoxydul wird auszentrifugiert und die durch Zersetzungsprodukte des Zuckers gelb gefärbte Lösung abgegossen. Man löst den Niederschlag, ohne ihn zu waschen, in der Kälte in 0,5—1 cm^3 saurer Kochsalzlösung (200 cm^3 10%ige Salzsäure + 800 cm^3 gesättigte Kochsalzlösung), versetzt die Lösung mit Bicarbonat im Ueberschuss und titriert mit Hilfe einer in $^1/_{100}$ cm^3 eingeteilten 1 cm^3-Pipette mit $\frac{n}{100}$-Jodlösung folgendermassen: Man fügt zuerst Jodlösung bis zur Gelbfärbung der Lösung zu, versetzt mit einem Tropfen Stärkelösung, titriert mit $\frac{n}{100}$-Thiosulfatlösung im Ueberschuss zurück und führt die Titration mit Jodlösung bis zur Blaufärbung zu Ende. Jeder cm^3 $\frac{n}{100}$-Jodlösung entspricht 0,636 mg Cu.

[1]) Diese Mitt., **11**, 129 (1920).