Bestimmung von Eisen in Getreidemehl

Autor(en): **Lauber, K. / Aebi, H.**

Objekttyp: **Article**

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

Band (Jahr): **57 (1966)**

Heft 5

PDF erstellt am: **24.05.2024**

Persistenter Link: https://doi.org/10.5169/seals-983120

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

MITTEILUNGEN

AUS DEM GEBIETE DER

LEBENSMITTELUNTERSUCHUNG UND HYGIENE

VERÖFFENTLICHT VOM EIDG. GESUNDHEITSAMT IN BERN

Offizielles Organ der Schweizerischen Gesellschaft für analytische und angewandte Chemie

TRAVAUX DE CHIMIE ALIMENTAIRE ET D'HYGIÈNE

PUBLIÉS PAR LE SERVICE FÉDÉRAL DE L'HYGIÈNE PUBLIQUE À BERNE

Organe officiel de la Société suisse de chimie analytique et appliquée

ABONNEMENT:

Schweiz Fr. 22.— per Jahrgang (Ausland Fr. 27.—) Preis einzelner Hefte Fr. 4.— (Ausland Fr. 5.—)
Suisse fr. 22.— par année (étranger fr. 27.—) Prix des fascicules fr. 4.— (étranger fr. 5.—)

Band - Vol. 57 1966 Heft - Fasc. 5

Bestimmung von Eisen in Getreidemehl

K. Lauber und *H. Aebi*

Aus dem Medizinisch-chemischen Institut der Universität Bern

Die Bestrebungen, auch in der Schweiz das Weißmehl mit Vitaminen und Eisen anzureichern, rufen u. a. nach einer einfachen Methode zur Eisenbestimmung für Kontrollzwecke. Ein Verfahren, das sich für rasche Serienuntersuchungen eignet, wird im folgenden beschrieben.

Prinzip der Methode

Das Mehl wird mittels Schwefelsäure/Wasserstoffperoxid verascht. Der Rückstand wird mit Natriumacetat abgepuffert. Das Eisen wird mit Ascorbinsäure reduziert, mit Bathophenanthrolin-disulfonat in einen roten Komplex übergeführt und photometriert.

Reagentien

1. Konz. Schwefelsäure p. a.
2. Wasserstoffperoxid 30 % p. a.
3. Natriumacetat
4. Magnesiumsulfat (Heptahydrat)
5. Natronlauge 1 N
6. Ascorbinsäure

7. Bathophenanthrolin-disulfonat (käufliches Produkt oder wie folgt hergestellt: 100 mg Bathophenanthrolin mit 1 ml Chlorsulfonsäure ca. 1 Minute zum Sieden erhitzen, abkühlen, mit 10 ml Wasser versetzen und gelinde erwärmen, bis die Lösung klar ist; unbeschränkt haltbar).
8. Eisenfreie Natriumacetatlösung: 300 g Natriumacetat + ca. 5 g Magnesiumsulfat mit aq. dest. ad 1 Liter; 50 ml 1 N Natronlauge zusetzen; Magnesiumhydroxid-Niederschlag abzentrifugieren; Überstand in eisenfreies Gefäß abdekantieren (unbeschränkt haltbar).
9. Gebrauchsfertiges Farbreagens: 50 ml Acetatlösung (8) mit 0,5 g Ascorbinsäure versetzen. Ca. 5 mg Bathophenanthrolin-disulfonat in ca. 0,5 ml Wasser gelöst, oder 0,5 ml von Lösung 7 zusetzen (unmittelbar vor Gebrauch herstellen).
10. Eisenstandard: 10 mg reines Eisen (z. B. «Klavierdraht zur Analyse») in ein paar ml HCl konz. + HNO_3 konz. auflösen und mit eisenfreiem Wasser ad 1 L verdünnen. Ein allfälliger feinflockiger Rückstand von Kohlenstoff kann vernachlässigt werden.

Arbeitsweise

a) Quantitative Methode

In einem Erlenmeyerkolben von 3—400 ml Inhalt mit bekanntem Tara werden 5 g Mehl (von verschiedenen Stellen einer größeren Portion gesammelt) abgewogen. 20 ml Wasserstoffperoxid werden zugesetzt. Unter gleichzeitiger Kühlung des Kolbens im fließenden Wasser werden 5 ml konz. Schwefelsäure zugetropft. Dann wird vorsichtig erwärmt, bis sich alles Mehl aufgelöst hat (starke Gas- und Dampfentwicklung!). Nach Abkühlen des Gefäßes im Wasser wird der Inhalt auf der Waage mit H_2O auf 25 (evtl. 30) g ergänzt. In 2 dünnwandige Reagensgläschen (ca. 1,5×10 cm) werden je 0,5 (bzw. 0,6) g der Lösung (0,1 g Mehl entsprechend) abgewogen. Steht keine hinreichend genaue Laborwaage zur Verfügung (Empfindlichkeit ca. 10 mg), gießt man die Lösung in einen 25 ml-Meßkolben, füllt zur Marke auf, mischt und verarbeitet 0,5 ml dieser Lösung (0,1 g Mehl). Durch jedes zusätzlich verwendete Gefäß wird indessen die Kontaminationsgefahr erhöht. 4 weitere Reagensgläser für Standard- und Leerprobe werden mit je 0,4 ml H_2O_2 und 0,1 ml H_2SO_4, zwei davon außerdem mit 0,1 ml Standardlösung (10) versetzt. Alle 6 Gefäße werden auf freier Flamme oder besser in einem Sandbad von 300—400 ° erhitzt, bis alles organische Material verkohlt ist und SO_3-Rauch zu entweichen beginnt. Die Gläschen werden einige Sekunden an der Luft abgekühlt, dann mit weiteren 0,4 ml H_2O_2 versetzt und nochmals erhitzt, bis alles Peroxid verdampft und der Rückstand vollkommen farblos ist. Letzte Farbstoffreste werden allenfalls mit einem Tropfen H_2O_2 zerstört. Die Proben werden abgekühlt, mit 3 ml Farbreagens (9) gemischt und nach ca. 1 Minute photometriert. Das Absorptionsmaximum des Eisenkomplexes liegt bei 530 nm. Bei Verwendung eines Spektrallinien-Photometers mit Hg-Lampe wird mit Filter 546 nm gearbeitet. Die Extinktion bleibt mehrere Stunden stabil.

Berechnung: $\frac{E_A - E_L}{E_{St} - E_L} \cdot 10 = \text{mg Fe/kg Mehl}$

E_A, E_{St}, E_L: Extinktionen der Mehlprobe, des Standards bzw. der Leerprobe gegen Wasser abgelesen.

Eine gewöhnliche und eine revitaminierte Weißmehlprobe ergaben nach dieser Methode untersucht einen Gehalt von 9 bzw. 35 mg Fe pro kg.

b) Orientierende Schnellmethode

100 mg Mehl werden in ein Reagensgläschen (ca. 1,5×10 cm) abgewogen. Ein zweites Gläschen wird mit 0,1 ml Standardlösung (10) versetzt und ein drittes Gefäß als Leerprobe verwendet. Alle drei Gläschen werden mit 0,1 ml H_2SO_4 + 0,4 ml H_2O_2 versetzt. Die Veraschung, Farbentwicklung, Photometrie und Konzentralisationsberechnung erfolgen wie unter a) beschrieben.

Diskussion

Die hier beschriebene Methode lehnt sich an ein Verfahren für die Serumeisen-Bestimmung an (4). Versuche, das Eisen wie beim Blutserum ohne Veraschung durch ein hochaktives Detergens zu extrahieren, lieferten unbefriedigende Ergebnisse wegen unkontrollierbaren, nicht zentrifugierbaren Trübungen in der Meßlösung. Zudem nimmt das quantitative Herauslösen des Eisens aus den Mehlpartikeln selbst in der Wärme unbequem viel Zeit in Anspruch. Für ein rasches und zuverlässiges Arbeiten erwies sich eine totale Veraschung als unumgänglich. Wasserstoffperoxid/Schwefelsäure hat sich anderen Oxydationsgemischen ($H_2SO_4/HClO_4$; HNO_3/H_2SO_4; $HNO_3/HClO_4$) als überlegen gezeigt. Die Mineralisation ist innert weniger Minuten beendet, überschüssiges Oxydationsmittel läßt sich leicht verdampfen und der Eisengehalt des Hydroperoxids ist in der Regel sehr niedrig. Dank der einfachen Reinigung der Natriumacetatlösung durch Magnesiumhydroxidfällung kann der Analysenleerwert auch bei Acetat minderer Qualität tief gehalten werden. Als Reduktionsmittel für das Eisen hat Ascorbinsäure vor dem für die Serumanalyse verwendeten Natriumdithionit den Vorzug. Beim Zusatz des Farbreagens zum stark sauren Veraschungsrückstand bildet sich aus dem Dithionit leicht eine Trübung von Schwefel.

Wie bei allen Feststoffanalysen spielt auch hier der Probeentnahmefehler eine entscheidende Rolle. Die beschriebene Schnellmethode mit Verarbeitung von 0,1 g-Proben darf daher nur zur semiquantitativen Orientierung benützt werden. Ein wider Erwarten hohes Resultat sollte reproduziert werden, da es sich um ein zufälliges Eisenabrieb-Partikel aus der Mühle handeln könnte (1 µg Eisen pro 100 mg Mehl entspricht einer Extinktion von ca. 0,13). Mit der Schnellmethode können in 40 Minuten 10 Mehlproben durchgetestet werden, wenn ein Heizbad zur Verfügung steht. Bei der quantitativen Methode ist der Zeitaufwand entsprechend etwas größer.

Für die sorgfältige Überprüfung der Methode sind wir Herrn *Ismail* vom Eidg. Gesundheitsamt Bern besonderen Dank schuldig.

Zusammenfassung

Eine einfache Methode zur orientierenden Schnellbestimmung und auch zur quantitativen Erfassung von Eisen in Mehlproben wird beschrieben. Das organische Material wird mit Wasserstoffperoxid/Schwefelsäure mineralisiert und das Eisen nach Pufferung mit Acetat als Bathophenanthrolin-disulfonatkomplex photometriert.

Résumé

On décrit une méthode simple pour le dosage rapide, soit à titre d'orientation, soit quantitativement, du fer dans la farine. La matière organique est détruite par l'eau oxygénée/acide sulfurique et, après tamponnage à l'acétate, le fer est dosé par photométrie, sous forme de son complexe avec le disulfonate de la bathophénanthroline.

Summary

Description of a simple and rapid method for the photometric determination of iron — as complex with bathophenanthroline disulfonate — in flour. Destruction of the organic matter by means of H_2O_2/H_2SO_4.

Literatur

1. *Ramsay W. N. M.:* Advances Clin. Chem. **1**, 1 (1958).
2. *Landers J. W.* und *Zak B.:* Amer. J. Clin. Path. **29**, 590 (1958).
3. *Sanford R.:* J. Clin. Path., London **16**, 174 (1963).
4. *Lauber K.:* Z. Klin. Chem. **3**, 96 (1965).

Untersuchungen zur Bestimmung des pH-Wertes von Zigarettenrauch*

A. J. Artho und *K. Grob,* F. J. Burrus & Cie., Boncourt, und
Organisch-chemisches Institut der Universität Zürich

Die vorliegende Arbeit ergänzt und erweitert eine kürzlich erschienene Publikation zum gleichen Thema (1).

Ein pH-Wert kann dem Zigarettenrauch selber wegen seiner heterogenen Zusammensetzung nicht direkt zugeordnet, sondern nur in einem homogenen Medium beobachtet werden, das mit dem Rauch in Kontakt und, im Idealfall, in einen Gleichgewichtszustand tritt. Da ein solcher pH-Wert von der Natur dieses Mediums wie auch von den mancherlei Bedingungen des Kontaktes abhängt, unterliegt er dem Einfluß einer großen Zahl Variablen und kann darum kaum

* Auszugsweise vorgetragen am VIII. Tabak-Kolloquium in Bremen, Mai 1966.