

Mitteilungen aus der Laboratoriumspraxis : aus dem Laboratorium des Kantonschemikers Basel-Stadt

Objektyp: **Group**

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

Band (Jahr): **18 (1927)**

Heft 6

PDF erstellt am: **30.06.2024**

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.

Mitteilungen aus der Laboratoriumspraxis.*)

Aus dem Laboratorium des Kantonschemikers Basel-Stadt.

Von HANS KREIS und JOSEF STUDINGER.

I. Die Neusal-Méthode.

Angeregt durch einen Aufsatz von *M. Popp*¹⁾ haben wir die Neusal-Methode für Serienuntersuchungen von Milch eingeführt, nachdem wir uns überzeugt hatten, dass die Ergebnisse mit denen der acidbutyrometrischen Methode genügend genau übereinstimmen, wenn man bei Verwendung der Acidbutyrometer, wie es Popp angibt, statt 9,7 cm³ nur 9,2 cm³ Milch nimmt und die Menge des erforderlichen Isobutylalkohols durch Ausprobieren ermittelt.

Um vom Bezug der zur Bereitung der Neusallösung erforderlichen Salzmischung unabhängig zu sein, haben wir deren Zusammensetzung ermittelt und geben hier die Vorschrift zur Herstellung der Lösung für etwa 60 Proben mittelst der alten Acidbutyrometer.

Je 50 g Natriumsalicylat und Natriumzitrat werden in 240 cm³ Brunnenwasser gelöst und dazu 86 cm³ Isobutylalkohol (statt der vorgeschriebenen 96 cm³) gegeben. So erhält man 375 cm³ Lösung, die mit dem gleichen Volum Brunnenwasser zu verdünnen ist. Zur Färbung fügt man etwa 0,1 g Methylenblau hinzu.

Die mit dieser Lösung erzielten Ergebnisse werden mit gleichzeitig ausgeführten acidbutyrometrischen Bestimmungen verglichen und je nach Bedarf setzt man weitere Mengen Isobutylalkohol hinzu, bis die Ergebnisse nur noch um höchstens 0,05% voneinander abweichen.

Die Kosten dieses Verfahrens sind etwas höher als bei der Acidbutyrometrie, was aber durch die Schonung der Gummistopfen und der Laboratoriumswäsche, sowie durch die weiteren von Popp erwähnten Vorzüge wohl ausgeglichen wird.

II. Nachweis und Bestimmung von Vanillin in Branntwein.

Nach dem Lebensmittelbuch (Anhang zur 3. Auflage, Seite 43) ist «Zusatz von Vanillin anzunehmen, wenn der Geruch nach Vanillin im Aetherextrakt nach der Reinigung mit Kaliummetasulfit wahrnehmbar ist und eine deutliche Reaktion nach Moerk eintritt».

Zahlreiche Untersuchungen haben uns davon überzeugt, dass diese Schlussfolgerung nicht immer als richtig anerkannt werden kann, weil die Geruchsprüfung zu empfindlich ist und die Moerk-Reaktion Vanillin

¹⁾ Chemikerzeitung, 1927, Nr. 28.

*) Vorgetragen in der Sitzung des Verbandes der Kantons- und Stadt-Chemiker in Glarus, am 16. September 1927.

nicht eindeutig erkennen lässt. Beispielsweise lassen sich Spuren von Vanillin auch in Aetherextrakten aus Eichenholz durch den Geruch erkennen und man erhält nach Moerk eine Reaktion, die aber nicht von Vanillin herrührt, sondern von einer vorläufig noch unbekanntem Substanz. Auch die im «Anhang» erwähnte Prüfung mit Amylalkohol ist unzuverlässig, indem nicht jeder Amylalkohol sich dazu eignet und in manchen Fällen auch bei Verwendung von sonst tauglichem Amylalkohol der Farbstoff sich nicht ausschütteln lässt. Es scheint, dass die Löslichkeit von der Art der Brombehandlung abhängig ist.

An Stelle der Reaktion von Moerk glauben wir eine Reaktion von *E. Nickel* aus dem Jahr 1890, die nach unseren bisherigen Erfahrungen für Vanillin eindeutig und charakteristisch ist, empfehlen zu können.

Leider finden sich in dem Buch von Dr. Emil Nickel: «Die Farbenreaktionen der Kohlenstoffverbindungen», durch welches die Reaktion zuerst bekannt wurde, keine näheren Angaben über die Zusammensetzung und Anwendungsweise der Nickel'schen Lösung. Es heisst dort nur: «Kocht man eine Vanillinlösung mit einer kaliumnitrithaltigen Quecksilberchloridlösung, so tritt nach einigen Minuten eine hübsche violette Reaktion ein», obwohl gleichzeitig erwähnt wird, dass «die Empfindlichkeit dieser Reaktion von der Zusammensetzung des Reagens abhängt».

Wir haben nun gefunden, dass man nach folgender Vorschrift beständige, *weinrote* Färbungen, die sich gut zur colorimetrischen Bestimmung eignen, erhält.

7 g Quecksilberchlorid und 4,4 g Kaliumnitrit, was auf 1 Mol Quecksilberchlorid 2 Molen Kaliumnitrit entspricht, werden in 100 cm³ Wasser gelöst. Von einem in geringer Menge sich bildenden braunen Niederschlag wird abfiltriert. Zu 1 cm³ der wässrigen Lösung des nach dem Lebensmittelbuch behandelten Aetherextraktes aus Branntwein setzt man 1 cm³ Reagens und erhitzt während 15 Minuten im kochenden Wasserbad.

0,02 mg Vanillin in 1 cm³ Wasser geben noch eine deutliche Rotfärbung.

In 11 Proben von Cognac und Rum, die nach der Beurteilung im «Anhang» als mit Vanillin versetzt zu betrachten waren, konnte solches nach Nickel nicht nachgewiesen werden, während in einem Cognac, dessen Aetherextrakt keine deutliche Moerk-Reaktion gab, nach Zusatz von 1,5 mg Vanillin auf 1 Liter, noch 1 mg Vanillin nach Nickel wieder gefunden wurde.

Die eingangs erwähnten Eichenholzextrakte gaben nach Nickel keine Vanillinreaktion.

Wir können also auf Grund unserer Erfahrungen einen Vanillinzusatz nur dann annehmen, wenn sich solches auch durch die Reaktion von Nickel nachweisen und bestimmen lässt.