

Zeitschrift: Mitteilungen aus dem Gebiete der Lebensmitteluntersuchung und Hygiene = Travaux de chimie alimentaire et d'hygiène
Herausgeber: Bundesamt für Gesundheit
Band: 21 (1930)
Heft: 4

Artikel: Zum Nachweis von Benzoesäure in Wein
Autor: Zäch, Clemens / Werder, J.
DOI: <https://doi.org/10.5169/seals-983941>

Nutzungsbedingungen

Die ETH-Bibliothek ist die Anbieterin der digitalisierten Zeitschriften. Sie besitzt keine Urheberrechte an den Zeitschriften und ist nicht verantwortlich für deren Inhalte. Die Rechte liegen in der Regel bei den Herausgebern beziehungsweise den externen Rechteinhabern. [Siehe Rechtliche Hinweise.](#)

Conditions d'utilisation

L'ETH Library est le fournisseur des revues numérisées. Elle ne détient aucun droit d'auteur sur les revues et n'est pas responsable de leur contenu. En règle générale, les droits sont détenus par les éditeurs ou les détenteurs de droits externes. [Voir Informations légales.](#)

Terms of use

The ETH Library is the provider of the digitised journals. It does not own any copyrights to the journals and is not responsible for their content. The rights usually lie with the publishers or the external rights holders. [See Legal notice.](#)

Download PDF: 26.12.2024

ETH-Bibliothek Zürich, E-Periodica, <https://www.e-periodica.ch>

Zum Nachweis von Benzoesäure in Wein.

Von Dr. CLEMENS ZÄCH.

(Mitteilung aus dem Laboratorium des Eidg. Gesundheitsamtes,
Vorstand: Dr. J. Werder.)

Vorliegende kleine Untersuchung wurde auf Wunsch der mit der Revision des Schweiz. Lebensmittelbuches, Kapitel Wein, beauftragten Kommission ausgeführt. Es handelte sich darum, zu untersuchen, ob sich die im Lebensmittelbuch¹⁾ vorgeschriebene, etwas umständlich erscheinende Methode von *Mohler*, modifiziert von *von der Heide* und *Jakob*²⁾ zum Nachweis von Benzoesäure in Wein nicht mit Vorteil durch die einfachere Methode von *Chauvet*³⁾ ersetzen liesse.

Es sei hier kurz die von *Chauvet* angegebene Methode mitgeteilt; es ist keine prinzipiell neue Methode, sondern sie besteht in einer Modifikation der schon lange bekannten Reaktion von *Anna Jonescu*⁴⁾.

200 cm³ Wein werden auf dem Wasserbade auf die Hälfte eingedampft; nach dem Erkalten fügt man 1 cm³ HCl (1:1) zu und extrahiert mit 70 cm³ Aether vorerst ein Drittel des Weines. Nach dem Ablassen des Weines wird mit demselben Aether der zweite Drittel und endlich der letzte Drittel Wein extrahiert. Die ätherische Lösung wird mit 10 cm³ Wasser gewaschen und bei 35° abgedunstet. Den Rückstand nimmt man mit 5 cm³ heissem Wasser auf und giesst diese Lösung in ein Reagensglas. Man gibt 0,2 cm³ 20% ige Essigsäure und 2,5 cm³ Wasserstoffsperoxydlösung (2-volumig = 0,6% ige) zu und erhitzt eine Stunde im Wasserbad. Nach dem Erkalten wird die gebildete Salicylsäure mit 6 cm³ Benzol aufgenommen, die benzolische Lösung in ein Reagensglas gebracht und mit 1 cm³ Wasser und 3 Tropfen einer sehr verdünnten Ferriammoniumalaunlösung versetzt. Nach kurzem Schütteln und Absetzenlassen erscheint die wässerige Lösung bei Anwesenheit von Benzoesäure rot gefärbt.

Chauvet hat die Reaktion nur mit Weissweinen ausgeführt. Nach seinen Angaben können 100 mg Benzoat im Liter Wein noch deutlich nachgewiesen werden. Bei den reinen Weinen erhielt er stets eine negative Reaktion.

An einer Reihe von Weinen verschiedener Herkunft mit und ohne künstlichen Zusatz von Benzoesäure (resp. Natriumbenzoat) wurde nun die Methode nachgeprüft, wobei ich mich genau an die Vorschrift von *Chauvet* hielt.

Versuche mit reiner, wässriger Benzoesäurelösung zeigten zunächst, dass sich auf diese Weise 2,5 mg Benzoesäure eben noch nachweisen liessen.

mg Benzoesäure	Reaktion Chauvet
1,0	negativ
2,5	sehr schwach
5,0	sehr schwach
10,0	deutlich
20,0	schwach
40,0	deutlich
80,0	stark

¹⁾ III. Aufl. 1917, S. 289.

²⁾ Z. U. N. G. **19**, 142 (1910).

³⁾ Ann. Fals. **18**, 31 (1925).

⁴⁾ Journ. Pharm. Chim. **29**, 523 (1909).

Die Stärke der Reaktion geht somit nicht genau parallel mit der vorhandenen Menge Benzoesäure.

Als nun Weiss- und Rotweine verschiedener Herkunft auf diese Weise untersucht wurden, zeigte es sich, dass alle eine mehr oder weniger deutliche positive Reaktion ergaben! Offenbar wurde die Reaktion durch gewisse phenolartige Produkte vorgetäuscht, da kaum anzunehmen war, dass alle diese Weine (gute Handelsmarken) Benzoesäure von Natur aus oder als künstlichen Zusatz enthalten hatten. Tatsächlich trat die Reaktion nicht mehr ein, wenn die Proben vor der H_2O_2 -Oxydation mit Kaliumpermanganat in alkalischer Lösung, wie es *von der Heide* und *Jakob*⁵⁾ und später *von Fellenberg*⁶⁾ empfohlen haben, behandelt wurden. Es werden dabei die Salicylsäure sowie andere störende phenolartige Substanzen zerstört, während die Benzoesäure nicht angegriffen wird. Diese Permanganatbehandlung ist somit auch bei der *Chauvet*-Reaktion auf alle Fälle auszuführen, damit nicht falsche Resultate erhalten werden. Es ist auffallend, dass *Chauvet* bei seinen Blindversuchen auf keine Weine gestossen ist, die eine positive Reaktion vortäuschten.

Bei den weiteren Versuchen wurde deshalb stets die Permanganatbehandlung eingeschoben: nach der Extraktion des Weines mit Aether wird die ätherische Lösung mit einigen cm^3 n-Natronlauge ausgeschüttelt und die alkalische Lösung bei Wasserbadhitze mit gesättigter Permanganatlösung versetzt, bis die Rotfärbung einige Minuten bestehen bleibt. Nach dem Abkühlen wird etwas festes Bisulfit zugegeben, mit Schwefelsäure deutlich sauer gemacht und weiter Bisulfit zugegeben, bis die Lösung eben entfärbt wird. Hierauf wird mit Aether ausgeschüttelt und wie früher weiter behandelt.

Die so erweiterte Methode nach *Chauvet* wurde nun an einer Reihe von Weiss- und Rotweinen, die mit verschiedenen Mengen von Natriumbenzoat versetzt wurden, nachgeprüft. Es wurden stets 200 cm^3 Wein verwendet. Ein Zusatz von 5 mg Benzoat (d. h. 25 mg im L) war in der Regel eben noch nachweisbar; 10 mg gaben in den meisten Fällen bereits eine deutliche Rosafärbung. Die Resultate waren jedoch, auch bei ein und demselben Wein, recht verschieden. Von den vielen Versuchen sei nur eine Versuchsreihe angeführt. Dabei wurde die Reaktion mit dem gleichen Wein auf genau gleiche Art, jedoch zu verschiedenen Zeiten ausgeführt.

Wein	Zugesetzte Menge Na-benzoat auf 200 cm^3 Wein	Reaktion Chauvet
Griech. Weisswein	10,0 mg	schwach
do.	do.	stark
do.	do.	sehr schwach
do.	do.	schwach

In einigen Fällen versagte die Reaktion auch bei grösseren Mengen (100 mg im L) völlig. Offenbar macht die Oxydation der Benzoesäure mit

⁵⁾ Z. U. N. G. **19**, 138 (1910).

⁶⁾ Diese Mitt. **16**, 6 (1925).

H₂O₂ nicht immer bei der Bildung der Salicylsäure halt, sondern sie kann unter Umständen weiter gehen, wodurch die gebildete Salicylsäure wieder zerstört wird.

Dass die Jonescu-Reaktion nicht sehr zuverlässig ist, darauf haben bereits *von der Heide* und *Jakob*⁷⁾, sowie *Baumann* und *Grossfeld*⁸⁾ hingewiesen; auch in der abgeänderten Form von *Chauvet* kann sie, wie die vorliegende Untersuchung zeigt, nicht als zuverlässig angesehen werden.

Zum Vergleich wurden einige Versuche mit dem im Schweiz. Lebensmittelbuche vorgeschriebenen Verfahren von *Mohler*, modifiziert von *von der Heide* und *Jakob*, zum Nachweis der Benzoesäure in Wein, ausgeführt. Das Verfahren ist seither von *Grossfeld*⁹⁾ noch weiter modifiziert und vereinfacht worden. Es beruht darauf, dass die Benzoesäure durch Nitrierung in die sym. Dinitrobenzoesäure und weiter durch Reduktion in die Amidonitro- oder Diamidobenzoesäure übergeführt wird, deren Ammoniumverbindungen rot gefärbt sind. An Stelle des meist gebrauchten Schwefelammons als Reduktionsmittel empfiehlt *Grossfeld* die Verwendung von Hydroxylamin; ferner führt er die Nitrierung nicht bei hoher Temperatur, sondern bei Wasserbadhitze aus:

«Die durch Aetherausschüttelung gewonnene Benzoesäurelösung oder der alkalische Benzoatauszug wird in einem Reagensglase zur Trockne gebracht, dann mit 0,1 g Kaliumnitrat und 1 cm³ konzentrierter Schwefelsäure 20 Minuten in siedendem Wasserbade erhitzt, abgekühlt und mit 2 cm³ Wasser versetzt. Nach abermaligem Abkühlen wird mit 10 cm³ etwa 15 % igem Ammoniak stark ammoniakalisch gemacht und mit 2 cm³ einer Lösung von 2 g Hydroxylaminchlorhydrat in 100 cm³ Wasser gemischt. Bei Gegenwart von Benzoesäure tritt alsdann je nach der vorhandenen Benzoesäuremenge langsamer oder schneller meist schon in der Kälte schwache Rotfärbung ein, die durch Eintauchen des Glases in heisses Wasser beschleunigt wird, während man die Intensität der Färbung durch darauffolgendes Eintauchen des Röhrchens in kaltes Wasser auf ihren höchsten Grad bringt.»

Diese *Mohler'sche* Methode in der Abänderung von *Grossfeld* ergab sehr gute Werte. 1 mg Benzoat in 100 cm³ Wein konnte regelmässig noch deutlich nachgewiesen werden. Noch geringere Mengen nachzuweisen, wurde nicht versucht, da ja in der Praxis doch mit erheblich grösseren Benzoesäurezusätzen zu Wein zu rechnen ist. Die Menge Benzoesäure lässt sich nach der von *Grossfeld* angegebenen Ferrirhodanidskala¹⁰⁾ abschätzen. Man muss nur dafür sorgen, dass diese Skala stets frisch bereitet wird, da die Färbungen nach kurzer Zeit verblassen.

Es sei nur *eine* Versuchsreihe angeführt, bei der die zugesetzte Menge Benzoesäure dem Untersuchenden nicht bekannt war.

⁷⁾ Z. U. N. G. **19**, 144 (1910).

⁸⁾ Z. U. N. G. **29**, 399 (1915).

⁹⁾ Z. U. N. G. **30**, 271 (1915).

¹⁰⁾ Siehe auch *Grossfeld*, Anleitung zur Unters. der Lebensmittel, 1927, S. 159.

Zugesetzte Menge Natriumbenzoat auf 100 cm ³ Wein (Griech. Rotwein)	Färbung	Kolorimetrischer Vergleich mit der Ferrirhodanidskala
mg		entspr. mg Benzoessäure
0	blassgelblich	0
2,0	rot	ca. 1,0
5,0	rot	ca. 3,0—4,0
8,0	rot	ca. 5,0
15,0	dunkelrot	ca. 10,0

Die Werte sind für die Praxis durchaus befriedigend.

Die Reaktion *Mohler*, modifiziert von *von der Heide* und *Jakob* sowie von *Grossfeld*, ist somit empfindlicher und zuverlässiger als diejenige von *Jonescu-Chauvet*. Zudem gestattet sie eine ungefähre Abschätzung der vorhandenen Menge Benzoessäure, was bei der *Jonescu*-Methode nicht möglich ist, da bei ihr nur ein geringer und wechselnder Teil der Benzoessäure in Reaktion tritt, während die *Mohler*'sche Reaktion die gesamte vorhandene Benzoessäure erfasst. Der Zeitaufwand ist bei beiden Methoden ungefähr derselbe.

Daraus ergibt sich, dass zum Nachweis von Benzoessäure in Wein die *Mohler*'sche Reaktion in der Ausführung von *Grossfeld* derjenigen von *Jonescu-Chauvet* vorzuziehen ist.

Bibliographie.

Allgemeines. — Généralités.

Kritisches und Experimentelles über die Aluminiumgeschirre vom Standpunkt der Hygiene. Lehmann. — Arch. f. Hyg., **102**, 349 (1929).

Das Aluminium scheint ein normaler Bestandteil vieler Nahrungsmittel zu sein. Die mit denselben dem Körper zugeführten Aluminiummengen werden durch die Benutzung von Aluminiumkochgeschirren nur um einen verhältnismässig kleinen Betrag vermehrt. Die Summe beider Beträge reicht aber nicht an den Aluminiumgehalt heran, der sich infolge des Gebrauches alaunhaltiger Backpulver in den Vereinigten Staaten sehr oft in der täglichen Brotration vorfindet. Nach Verfasser wäre die Schädlichkeit solcher Gebäcke aber nicht einwandfrei erbracht.

La toxicité des composés d'aluminium dans l'alimentation. McCollum, Rasik et Becker. — Bull. Soc. Sc. Hyg. Aliment., **17**, 65 (1929).

Les auteurs défendent l'emploi des sels d'aluminium dans les poudres à lever contre un travail de Schæffer et de ses collaborateurs (Bull. Soc. Scient. d'Hyg. Aliment., **16**, Nos 1 et 2, 1928) et expriment l'opinion que ces composés, dans des conditions s'approchant de celles de l'alimentation normale, ne sont pas absorbés par le tube digestif ou, du moins, en quantités très faibles.