

Zum Nachweis des Diacetyls

Autor(en): **Mohler, H. / Helberg, E.**

Objektyp: **Article**

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

Band (Jahr): **24 (1933)**

Heft 4-5

PDF erstellt am: **30.06.2024**

Persistenter Link: <https://doi.org/10.5169/seals-983844>

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.

Zum Nachweis des Diacetyls.

Von Dr. H. MOHLER und Dr. E. HELBERG.

(Mitteilung aus dem Chemischen Laboratorium der Stadt Zürich.)

In einer früheren Mitteilung¹⁾ wurde darauf hingewiesen, dass in die Schweiz teils als «organische Hilfsstoffe für Butter und Margarine», teils als «Aromakulturen» bezeichnete Butteraromapräparate aus Holland eingeführt werden, deren wirksamer Bestandteil Diacetyl ist. Diese Feststellung und die Offerte einer deutschen Firma für ein Präparat zur Aromatisierung von Fett mit «haltbarem Butteraroma», die uns kürzlich in die Hände kam, veranlassten uns, eine intensive Kontrolle auf mit Diacetyl behandelte Fette, besonders auf Margarine durchzuführen.

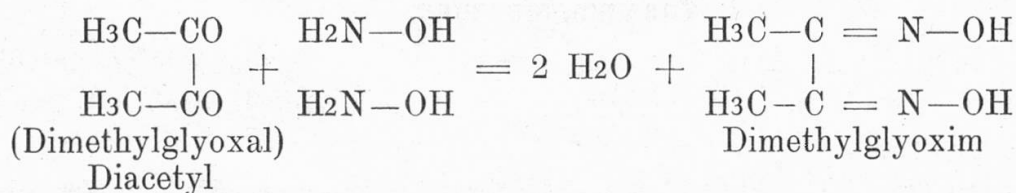
Ueber Diacetyl sind in der neuern Literatur zahlreiche Arbeiten erschienen, worüber wir am Schluss dieser Mitteilung eine kleine Zusammenstellung geben. Für den Nachweis des Diacetyls kommen in erster Linie die folgenden drei Arbeiten in Frage:

1. Nachweis von Diacetyl und Methylacetylcarbinol in Lebensmitteln, von *H. Schmalzfuss* und *H. Barthmeyer*²⁾.

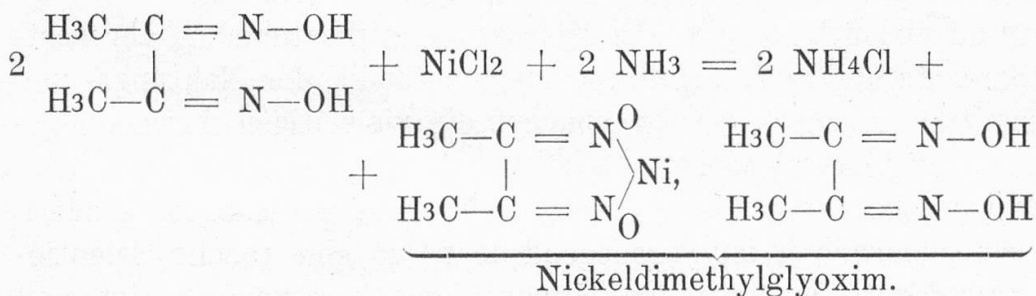
2. Bestimmung von Diacetyl in Butter, von *G. Testoni* und *W. Ciusa*³⁾.

3. Nachweis des Diacetyls in den mit Butteraroma verbesserten Fetten, von *Vizern* und *Guillot*⁴⁾.

Sämtliche Methoden beruhen auf der Bildung des schwerlöslichen, rosarotgefärbten Nickeldimethylglyoxims nach der Reaktion von *L. Tschugaeff*⁵⁾. Das Diacetyl wird zunächst in Dimethylglyoxim übergeführt:



und dieses mit Nickelsalz in Reaktion gebracht:



¹⁾ Diese Zeitschr., **23**, 265, (1932).

²⁾ Z. U. L., **63**, 283 (1932); C. 1932, II, 142.

³⁾ Ann. chim. appl., **21**, 147 (1931) und C. 1931, II, 511.

⁴⁾ Ann. Fals., **25**, 459 (1932) und C. 1933, I, 528.

⁵⁾ Z. anorg. Ch., **46**, 144 (1905); B. **38**, 2520 (1905).

Die Methode von *Schmalzfuss* scheint uns für die Zwecke der laufenden Lebensmittelkontrolle wenig geeignet, weil sie von einer sehr grossen Menge (1 kg) ausgeht und die Apparatur und die Arbeitsweise etwas kompliziert sind.

Beim Verfahren von *Testoni* und *Ciusa* wird das Diacetyl mit Wasserdampf abdestilliert und mit Hydroxylamincarboxid, Nickelsulfat und Ammoniak gefällt.

Sehr gut bewährt hat sich bei unseren Versuchen die Methode von *Vizern* und *Guillot*. Es soll daher die von uns angewandte Arbeitsweise hier mitgeteilt werden:

50 g Fett werden in einen 400 cm³ Jenaerkolben abgewogen, mit 20 cm³ Alkohol (96%) und einigen Körnchen Bimsstein versetzt, der Kolben in eine etwa 300 cm³ fassende Porzellanschale oder in ein geeignetes Metallgefäss gestellt und in die Porzellanschale soviel Glycerin gegeben, dass der Kolbeninhalt vom Glycerin überdeckt wird. Der Kolben wird mit einem absteigenden Kühler verbunden und zur Vermeidung von Rückfluss der Kolbenhals und das Verbindungsstück von Kolben und Kühler mit Asbestpapier umwickelt. Das Glycerinbad wird bei 115—120° so lange erhitzt, bis 20 cm³ Destillat in eine geeignete Vorlage übergegangen sind. Das Destillat wird in eine Porzellanschale gegossen, die Vorlage mit 5 cm³ Wasser nachgespült, zum Destillat mit Spülwasser 1 cm³ Hydroxylaminchlorhydrat (10%) und 1,7 cm³ n-Natronlauge gegeben, gründlich durchgerührt, 1 cm³ Nickelsulfatlösung (1%) (NiSO₄, 7 aq) und unter Umrühren 0,6 cm³ n-Essigsäure tropfenweise zugesetzt. Hierauf wird das Reaktionsgemisch auf dem Wasserbad auf etwa 2 cm³ eingedampft.

Bei Anwesenheit von Diacetyl entsteht ein rosaroter Niederschlag oder an der Wandung der Porzellanschale eine rosarote Zone.

Violette oder rötlichviolette Färbung des Abdampfrückstandes ist für die Anwesenheit von Diacetyl nicht beweisend.

Erwärmung des Fettes vor der Destillation ist zu vermeiden, da das Diacetyl schon bei 87,5—88° siedet. Ein Ueberschuss an Nickelsalzlösung kann die Reaktion stören.

Mit dieser Methode ergaben alle untersuchten Margarinen bis an diejenigen einer ausserzürcherischen Firma ein negatives Ergebnis. Deren Produkte zeichneten sich durch einen sehr intensiven Geruch und besonders Geschmack nach Butter aus, während der Butterfettgehalt nach der A- und B-Zahl unter 1% betrug. Nach anfänglicher Androhung einer Schadenersatzforderung und Anrufen einer Oberexpertise gestand der ver-

antwortliche Leiter, seine Margarine unter Verwendung von Butteraroma herzustellen.

Während einiger Zeit wurden im Chemischen Laboratorium der Stadt Zürich auch auf dem Markt und in Läden erhobene Tafelbutterproben nach der beschriebenen Methode mit negativem Ergebnis auf Diacetyl geprüft. Es wurde wohl eine violette oder rötlichviolette Färbung erhalten, die aber von der eigentlichen Diacetylreaktion deutlich verschieden war und auch bei Blindversuchen auftrat.

Um den positiven Ausfall der Dimethylglyoximreaktion durch eine zweite, auf anderer Grundlage beruhenden Reaktion zu stützen, stellten wir auf Grund einer Mitteilung von *A. Harden* und *D. Norris*⁶⁾, dass Diacetyl mit einigen Proteinen und Aminosäuren in alkalischer Lösung violettrote, grünfluoreszierende Färbung liefert, Versuche mit Pepton Witte an. Das Ergebnis war jedoch negativ.

Anschliessend seien die hier interessierenden Arbeiten aus den Jahren 1930—32 über Diacetyl zusammengestellt:

- L. B. van Niel*, *A. J. Kluyver* und *H. G. Derx*. Ueber das Butteraroma. *Bioch. Z.*, **210**, 234 (1929); C. 1930, I, 913.
- Hans Schmalzfuss* und *Helene Barthmeyer*. Diacetyl als Aromabestandteil von Lebens- und Genussmitteln. *Bioch. Z.*, **216**, 330 (1929); C. 1930, I, 1871.
- Walter Obst*. Identifizierung neuer interessanter Aromastoffe. *Riechstoffindustrie*, **5**, 132, (1930); C. 1930, II, 3472.
- A. Markmann*. Ueber das aromatische Prinzip der Kuhbutter. *Masloboino-Shirowoje Djelo* (russ.), **6**, 49 (1930); C. 1931, I, 381.
- N. King*. Ueber die Einwirkung des Diacetyls auf das Butterfett. *Milchwirtschaftl. Forschung*, **12**, 172 (1931); C. 1931, II, 1073.
- G. Testoni* und *W. Ciusa*. Bestimmung von Diacetyl in Butter. *Ann. chim. appl.*, **21**, 147 (1931); C. 1931, II, 511.
- Hans Schmalzfuss*. Ueber Diacetyl, den Duftstoff der Butter und anderer Lebensmittel. *Allg. Oel- und Fett-Ztg.*, **28**, 275 (1931); C. 1931, II, 2077.
- O. Gerhardt*. Diacetyl und das Butteraroma. *Seifensieder-Ztg.*, **58**, 792 (1931); C. 1932, I, 1017.
- G. Testoni* und *W. Ciusa*. Der Ursprung des Diacetyls in Butter. *Ann. chim. appl.*, **22**, 44 (1932); C. 1932, I, 2108.
- H. Schmalzfuss* und *Helene Barthmeyer*. Nachweis von Diacetyl und Methylacetylcarbinol in Lebensmitteln, *Z. U. L.*, **63**, 283 (1932); C. 1932, II, 142.
- Heinrich Fincke*. Ueber die Aromastoffe des Kakaos. *Kazzet*, **21**, 381 (1932); C. 1932, II, 1983.
- E. Waser* und *H. Mohler*. Organische Hilfsstoffe für Butter und Margarine. *Diese Zeitschrift*, **23**, 265 (1932); C. 1932, II, 3172.

⁶⁾ *Journ. of Physiol.*, **42**, 333; C. 1911, II, 393.