

Schweflige Säure in Süssmost und alkoholfreiem Traubensaft

Autor(en): **Fellenberg, Th. von**

Objektyp: **Article**

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

Band (Jahr): **41 (1950)**

Heft 3-4

PDF erstellt am: **26.07.2024**

Persistenter Link: <https://doi.org/10.5169/seals-983753>

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.

Aufschluss feststellten, wurden in Kakaobohnen so um 2—3 % höhere Fettgehalte gefunden. In der Literatur haben wir keine diesbezüglichen Angaben gefunden; auch stimmten unsere Fettgehalte zum Teil mit denjenigen anderer Autoren überein.

Die in Tabelle 3 angegebenen Werte für Kakaopulver des Handels (Nr. 10—14) sind in Ordnung und bedürfen keiner Korrektur, weil bei den fein gemahlten Kakaopulvern die Fettbestimmung nach der Zentrifugenmethode richtige und mit der Aufschlussmethode übereinstimmende Resultate liefert.

Sämtliche in unserer Tabelle 3 angegebenen Fettgehalte für Kakaobohnen (Nr. 1—9) dagegen sind um ca. 2—3 % zu niedrig. Folglich ist die wasser- und fettfreie Kakaomasse der Kakaobohnen, weil aus der Differenz berechnet, um den gleichen Betrag zu hoch. Eine aus Kakaobohnen nach unserem Verfahren hergestellte «fettfreie Kakaomasse» ergab nach dem internationalen Aufschlussverfahren einen zusätzlichen Fettgehalt von 3,8 %. Die Werte für Theobromin, Koffein und für die Mineralstoffe in Tabelle 3, welche in % der wasser- und fettfreien Kakaomasse angegeben sind, müssen ebenfalls korrigiert werden. Unter der Voraussetzung, dass unsere «fettfreie Kakaomasse» durchschnittlich noch 4 % Fett enthielt, müssen die genannten Werte zur Korrektur mit dem Faktor 1,04 multipliziert werden. Daraus ist ersichtlich, dass die Korrektur praktisch nicht sehr ins Gewicht fällt.

H. Hadorn und Rob. Jungkunz

Schweflige Säure in Süssmost und alkoholfreiem Traubensaft

von *Th. v. Fellenberg*, Muri b/B.

Laut Eidg. Lebensmittelverordnung sind in Süssmost und alkoholfreiem Traubensaft 80 mg SO₂ pro Liter gestattet. In manchen Betrieben wird von dieser Erlaubnis Gebrauch gemacht, und es werden Mengen bis zu dieser Höchstgrenze zugesetzt. Andere Firmen hingegen halten darauf, Getränke ohne allen Zusatz an Konservierungsmitteln in den Handel zu bringen und das ist sehr zu begrüßen, da es empfindliche Personen gibt, welche bereits auf sehr kleine Mengen schwefliger Säure reagieren. Es ist klar, dass solche Leute leicht den Süssmost überhaupt verwerfen, wodurch ein wertvolles Landesprodukt diskreditiert wird.

Wie ich durch Prof. Dr. Ad. Hartmann in Aarau vernahm, kommt es nun vor, dass Untersuchungs-Laboratorien in alkoholfreien Säften, denen keine Spur schwefliger Säure beigemischt worden ist, doch gelegentlich 20—30 mg im Liter finden. Es liegt nahe, anzunehmen, dass in solchen Fällen eine ungenügende Methode zur Bestimmung angewendet wurde. Das schweizerische Lebensmittelbuch gibt nicht an, nach welcher Methode die schweflige Säure in diesen Getränken zu bestimmen ist, und da wird wohl in der Regel die direkte

Titration mit Jod, wie bei Wein, als die einfachste Methode benützt werden. Bei der direkten Jodtitration können aber leicht fremde, Jod verbrauchende Stoffe eine Rolle spielen und das Resultat fälschen. Man wird da etwa an Aldehyde und an Aromastoffe denken.

Zunächst suchte ich nachzuweisen, ob ein SO_2 -freier Obstsaft auch nach dem Destillationsverfahren, wie es im Lebensmittelbuch für Süssweine angegeben wird, Spuren von schwefliger Säure vortäuscht oder ob Nullwerte gefunden werden. Es wurde nicht nur die Jodtitration im Destillat ausgeführt, sondern man versuchte auch, allfällig durch Jodoxydation entstandene Schwefelsäure zu erfassen.

Als Ausgangsmaterial diente ein Apfelsaft, Sorte Surgrau, aus dem eigenen Garten, den ich pressen liess und durch Erhitzen auf 80° und heisses Einfüllen in Flaschen haltbar machte.

50 cm^3 Saft wurden mit 2 cm^3 Phosphorsäure (84 %) versetzt und unter Durchleiten von Kohlensäure destilliert. Als Vorlage diente ein Peligotrohr, dessen untere Kugel 14 mm, die beiden seitlichen Kugeln 20 mm im Durchmesser hatten. 10 cm^3 Wasser genügte bei diesen Abmessungen als Sperrflüssigkeit. Man setzte 1 Tropfen Stärkelösung und 0,1 cm^3 0,02n-Jodlösung zu. Um das Anbrennen zu verhüten, stand der Destillationskolben auf einer durchlochenden Asbestplatte. Das Schäumen wurde durch Zusatz einiger mg Stearinsäure verhütet. Man destillierte ungefähr 15 cm^3 Flüssigkeit ab.

Es zeigte sich, dass die Jodmenge reichlich genügte. Die Lösung war am Schluss noch blau, und zwar, wie durch eine Gegenprobe mit den Reagentien festgestellt wurde, ebenso blau, wie am Anfang. Es war somit nicht merkbar Jod verbraucht worden.

Man suchte nun, eventuell gebildete Schwefelsäure nephelometrisch zu erfassen. Schwefelsäure eignet sich zwar prinzipiell nicht gut zur nephelometrischen Bestimmung, da das Bariumsulfat nicht stets gleich ausfällt. Die Trübung hängt ab von der Art und Menge der vorhandenen Ionen, vom Bariumchloridüberschuss, dem pH, der Fällungstemperatur und der Zeitdauer seit Zugabe des Reagens. Trotzdem lässt sich bei gleichmässigem Arbeiten, wenn man sich an die kleinsten Mengen hält, die Trübung befriedigend reproduzieren.

Das Destillat wurde filtriert, um die mit überdestillierte Stearinsäure abzutrennen, in einem Becherglas auf 3 cm^3 eingekocht und der Rest in ein Reagensglas gegossen. In weitere Reagensgläser gab man sinkende Mengen Schwefelsäure, ebenfalls auf 3 cm^3 verdünnt, und zwar Proben, die die allerschwächsten Reaktionen gaben und schliesslich solche, die nicht mehr reagierten. Man setzte je 1 Tropfen mit HCl angesäuerte normale Bariumchloridlösung, also einen enormen Überschuss, zu, erhitzte die Röhren und hielt sie etwa eine Minute im Sieden. Dann beobachtete man die entstandene Trübung vor der Lampe eines Stufenphotometers im halb verdunkelten Raum und verglich die aus Süssmost entstandene Trübung mit den Testlösungen. Man nahm die Vergleichung mehrmals etwa während der ersten halben Stunde vor, indem man jeweilen kurz

aufkochte und nach Durchschütteln beobachtete. Es konnte auch nicht die geringste Trübung beobachtet werden.

Die Reaktion ist ausserordentlich empfindlich. Es zeigte sich, dass 0,01 cm³ einer 0,01-normalen Schwefelsäure in 3 cm³ eben noch eine sichtbare Trübung gab, während sie mit der halben Menge nicht mehr deutlich war. Es waren somit weniger als 0,01 cm³ 0,01n-SO₂ oder weniger als 0,0032 mg SO₂ in 50 cm³, das ist < 0,06 mg SO₂ im Liter Süssmost enthalten.

Wäre die Reaktion schwach positiv ausgefallen, so hätte die Frage diskutiert werden können, ob eventuell fremde flüchtige Schwefelverbindungen vorhanden seien. Hier war diese Frage gegenstandslos. Es ist also weder schweflige Säure zugegen, noch andere Jod verbrauchende Stoffe im Destillat dieses Süssmostes, noch andere flüchtige Schwefelverbindungen ausser schweflige Säure. Die Übereinstimmung des jodometrischen und des nephelometrischen Nachweises bzw. Nichtnachweises lässt vermuten, dass die Jodtitration im Destillat im allgemeinen richtige Resultate geben wird.

Man untersuchte nun zwei beliebige Süssmoste des Handels, um auch bei positiven Fällen die jodometrische mit der nephelometrischen Bestimmung vergleichen zu können.

Da in beiden Fällen gut messbare Jodmengen verbraucht wurden, brauchte das Filtrat nach Abtrennen des Stearingsäure nicht mehr eingedampft zu werden; es genügte, direkt kleine Mengen der Flüssigkeit für die Trübungsreaktion zu verwenden. Man konnte so auch die Reaktion mehrmals wiederholen.

Man fand:

Süssmost Nr. 2

jodometrisch	16,8 und 16,4, Mittel	16,6 mg SO ₂ im l
nephelometrisch		17,9 mg SO ₂ im l

Süssmost Nr. 3

jodometrisch	3,8 und 4,7 Mittel	4,3 mg SO ₂ im l
nephelometrisch	3,0 und 3,4 Mittel	3,2 mg SO ₂ im l

Bei dem Süssmost Nr. 2 stimmen die beiden Verfahren befriedigend überein, bei Nr. 3 findet man nephelometrisch deutlich weniger.

Es wurden nun 2 alkoholfreie Traubensäfte, ein weisser und ein roter, von der gleichen Firma untersucht. Der Hersteller gibt an, keine schweflige Säure zugesetzt zu haben. Trotzdem seien in einem Untersuchungslaboratorium kleine Mengen gefunden worden, vermutlich durch direkte Titration. Der Hersteller dieser Produkte schreibt immerhin: «... doch brauchen wir im Betrieb nur schweflige Säure in 1 %iger Lösung zum Aufbewahren, besser gesagt Einlegen der Packroste der Presse über Nacht. Vor dem Gebrauch werden sie zudem noch jedesmal gewaschen, so dass es uns unerklärlich ist, wieso im Saft noch schweflige Säure vorhanden sein soll.»

Man fand nun in beiden Säften genau dieselbe Menge. *Jodometrisch* wurden 2,0 mg SO₂ im Liter gefunden. Bei der nephelometrischen Prüfung ergab sich

eine sehr geringe Trübung, welche der kleinsten Menge, welche überhaupt nachweisbar war, entsprach, $0,01 \text{ cm}^3$ $0,01$ -normal H_2SO_4 . Man findet somit nephelometrische $0,06 \text{ mg SO}_2$ im Liter.

Die jodometrische Bestimmung zeigt also bei diesen beiden Säften deutlich mehr, als die nephelometrische. Es sind offenbar irgendwelche Jod verbrauchende Stoffe mit übergegangen, vielleicht Aromastoffe. Der nephelometrischen Prüfung ist hier das grössere Gewicht beizulegen. Es mag sein, dass durch das Einlegen der Packroste in 1% ige schweflige Säure trotz dem nachherigen Abwaschen solch minimale Mengen schwefliger Säure in den Traubensaft gelangten. Selbstverständlich sind solche Spuren, die nicht einmal $0,1 \text{ mg}$ im Liter ausmachen, als Null zu betrachten. Die 2 mg im Liter, die jodometrisch gefunden worden sind, halten wir auch für fehlerhaft, da sie so viel höher sind als der nephelometrische Wert. Man wird also solche Gehalte vernachlässigen müssen.

Unsere Versuche zeigen, dass die Bestimmung der schwefligen Säure in Süssmost und alkoholfreien Traubensäften nicht nach dem Verfahren der direkten Jodtitration, sondern nach dem Destillationsverfahren ausgeführt werden muss, und dass bei den allerkleinsten Mengen, falls es auf diese ankommt, anschliessend an die Jodtitration eine nephelometrische Bestimmung der gebildeten Schwefelsäure vorzunehmen ist.

Zusammenfassung

Es wurden in 3 Süssmosten und in 2 alkoholfreien Traubensäften SO_2 -Bestimmungen nach dem Destillationsverfahren unter Jodtitration und durch nephelometrische Erfassung der entstandenen Schwefelsäure vorgenommen.

Bei selbst hergestelltem Süssmost liess sich weder nach dem einen, noch nach dem andern Verfahren die geringste Spur schwefliger Säure nachweisen. Bei Traubensäften, bei welchen lediglich die verwendeten Packroste mit schwefliger Säure behandelt und nachher gespült worden waren, fand man nephelometrisch $0,06 \text{ mg}$ im Liter, durch Jodtitration $2,0 \text{ mg}$, was darauf hindeutet, dass eine kleine Menge fremder Jod aufnehmender Stoffe zugegen ist.

Es wird empfohlen, bei alkoholfreien Obstsäften nur nach dem Destillationsverfahren zu arbeiten.

Résumé

On a dosé le SO_2 dans 3 cidres doux et dans 2 jus de raisons sans alcool, d'une part par distillation et titration iodométrique, d'autre part par mesure néphélométrique de l'acide sulfurique formé.

On n'a pu déceler, par aucun des deux procédés, la moindre trace d'acide sulfureux dans un cidre doux fabriqué par l'auteur. Dans des jus de raisons, pressés dans des corbeilles qui seules avaient été traitées à l'acide sulfureux et ensuite rincées, on trouva par néphélométrie une teneur de $0,6 \text{ mg}$. par litre et par iodométrie une teneur de $2,0 \text{ mg}$. par litre, ce qui laisse supposer la présence, en faible quantité, de substances étrangères capables d'absorber le iode.

On recommande de travailler uniquement d'après le procédé par distillation lorsqu'il s'agit de jus de fruits sans alcool.