

Die Verwendung von Ionenaustauschern zur Behandlung fehlerhafter Branntweine

Autor(en): **Rentschler, H. / Tanner, H.**

Objektyp: **Article**

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

Band (Jahr): **44 (1953)**

Heft 6

PDF erstellt am: **13.09.2024**

Persistenter Link: <https://doi.org/10.5169/seals-982874>

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.

Résumé

1. La chromatographie sur papier a été utilisée pour séparer et identifier les colorants de rouges à lèvres.
2. Une méthode de séparation des colorants des matières grasses du rouge à lèvres est décrite. Elle consiste à dissoudre à chaud le rouge à lèvres dans l'acide acétique à 50 %, puis à filtrer après refroidissement. Le filtrat purifié par un traitement à l'éther de pétrole est évaporé à sec. Le résidu est repris par de l'alcool à 50 %. La solution est finalement centrifugée, puis est soumise à l'analyse chromatographique.

Zusammenfassung

1. Zur Trennung und Identifizierung von Farbstoffen in Lippenrot wurde die Papierchromatographie benützt.
2. Es wird eine Methode beschrieben, welche gestattet, in den Lippenstiften die Farbstoffe von den Fettstoffen abzutrennen. Dies geschieht in der Weise, dass zunächst das Lippenrot in warmer 50%iger Essigsäure gelöst und die saure Lösung nach Abkühlen filtriert wird. Das nach Behandeln mit Petroläther gereinigte Filtrat wird hernach zur Trockne eingedampft und der Rückstand in 50%igem Alkohol aufgenommen. Nach Abzentrifugieren der Lösung wird diese einer chromatographischen Analyse unterworfen.

Summary

A method is described for the extraction of dyestuffs from lipsticks. The isolated dyes have been separated and identified by means of paper chromatography. Numerous lipsticks have been examined and the result of their examination is reported.

Littérature

- 1) Ces Trav. 43, 501 (1952).
- 2) Ces Trav. 43, 118 (1952).

Die Verwendung von Ionenaustauschern zur Behandlung fehlerhafter Branntweine

Von *H. Rentschler* und *H. Tanner*
(Eidg. Versuchsanstalt Wädenswil)

Vor einigen Jahren berichtete *W. Biedermann*¹⁾ ausführlich über die Verwendung von Ionenaustauschern für die Getränkebehandlung. Inzwischen hat eine intensive wissenschaftliche Forschung die Anwendungsmöglichkeiten von Austauscherharzen wohl vervielfacht; und trotzdem darf im gegenwärtigen Zeitpunkt eine generelle Zulassung solcher Austauscher für die Getränkebehandlung nicht verantwortet werden, weil damit stets eine die Naturreinheit beeinträchtigende Veränderung der Zusammensetzung und oft auch der Qualität der behandelten Getränke verbunden ist.

Demgegenüber werden Ionenaustauscher mit Vorteil dort eingesetzt, wo es sich um die Bereitung möglichst reiner Flüssigkeiten, wie z.B. reinsten Wassers oder extraktarmen Sprites, handelt. Im folgenden möchten wir darlegen, wie es unter Verwendung geeigneter Ionenaustauscher gelingt, Branntweine, welche infolge unsachgemässer Verarbeitung und Lagerung der ursprünglichen Brennsäfte geruchlich oder geschmacklich ungenügend geworden sind oder aus anderen Gründen (zu hoher Extraktgehalt, Metallgehalt u.a.) nicht befriedigen, ohne erneute Destillation so zu verbessern, dass sie den an einen einwandfreien Branntwein gestellten Anforderungen entsprechen und, soweit es sich um abzuliefernde Kernobstbranntweine handelt, von der Eidg. Alkoholverwaltung als vollwertig übernommen werden.

Die Wirkungsweise von Ionenaustauschern darf als bekannt vorausgesetzt werden. Es sei daher nur in Erinnerung gerufen, dass es sich um in Getränken völlig unlösliche Kunstharze von verschiedenartigem Aufbau handelt, welche infolge ihrer spezifischen elektrischen Ladungen entgegengesetzt geladene Teilchen an sich zu binden vermögen, unter gleichzeitiger Abspaltung der «ausgetauschten» Stoffe. So können *Anionenaustauscher* aus einer Flüssigkeit alle *Anionen* wie Chloride, Phosphate, Sulfate, Sulfite (SO_2) u.a. an sich binden, während *Kationenaustauscher* die vorhandenen *Kationen* wie Eisen, Kupfer, Zink, Ammonium u.a. aufzunehmen vermögen. — Es ist z.B. ohne Schwierigkeit möglich, aus Rübenzuckersäften durch kombinierte Behandlung mit Anionen- und Kationenaustauschern die vorhandenen Mineralstoffe sowie auch anwesende organische Säuren restlos zu entfernen, wobei ausschliesslich die elektrisch neutralen Teilchen, im vorliegenden Beispiel der Rohrzucker, zurückbleiben. Das Verfahren wird in verschiedenen Zuckerfabriken bereits grosstechnisch angewendet.

Es ist besonders hervorzuheben, dass Austauschermaterialien eine praktisch unbeschränkte Lebensdauer besitzen. Nach erfolgter «Erschöpfung» eines Austauscherharzes wird das letztere gemäss Anleitung (s.u.) regeneriert und steht damit für die weitere Verwendung zur Verfügung.

In der folgenden tabellarischen Übersicht haben wir einige der in fehlerhaften, aus Obst-, Trauben- und Beerenweinen bereiteten Branntweinen vorkommenden unerwünschten Verbindungen angeführt, welche sich unter Verwendung geeigneter Ionenaustauscher entfernen lassen. Gleichzeitig haben wir versucht, die betreffenden Fehler und die Ursachen, auf welche ihr Auftreten zurückzuführen ist, zu charakterisieren. In einer letzten Kolonne wird die technische Bezeichnung des Ionenaustauschers angeführt, welcher für die Eliminierung des betreffenden Fehlers zu verwenden ist.

Tabelle

| Fehler | Charakterisierung | Ursache | Zu verwendender Ionenaustauscher |
|--|--|--|---|
| Flüchtige Säure (Essigsäure) | Degustative und analytische Feststellung der flüchtigen Säure | Destillation stichiger, ungenügend neutralisierter Brennsäfte | Anionenaustauscher IRA-410 |
| Acrolein | Tränengas! Verfärbung von Nessler's Reagens | Vermutlich glycerinzersetzende Mikroorganismen. Noch nicht abgeklärt | Anionenaustauscher mit adsorbierender Wirkung Duolite A-7 |
| Schweflige Säure | Im Branntwein in gebundener Form vorkommend. Geruchlich nur unmittelbar beim Destillieren zu erkennen. Analytische Bestimmung nach Abtrennung der Aldehyde und anschließender Verseifung | Mangelhafte Neutralisation des mit schwefliger Säure vorbehandelten Mostes ab Presse oder Brennsaftes | Anionenaustauscher IRA-410 |
| Metalle (Fe, Cu, Zn) | Metallgeschmack. Nachweis mit 0,5%iger Kaliumferrocyanidlösung: Fe: Nach Ansäuern mit HCl blaue Farbe und Niederschlag Cu: Ohne Ansäuern roter Niederschlag Zn: Ohne Ansäuern grauweißer N'schlag | Mangelhafte Neutralisation des durch Stich verdorbenen Brennsaftes und anschließende Berührung des viel Essigsäure enthaltenden Branntweines mit Metallen | Kationenaustauscher IR-120 |
| Böckser | Geruch und Geschmack nach Mercaptanen | Ursprünglich im Brennsaft enthaltener Schwefelwasserstoff (Böckser), welcher nicht durch rechtzeitiges Lüften entfernt worden ist (Reakt. des H ₂ S mit C ₂ H ₅ OH zu C ₂ H ₅ SH [Aethylmercaptan]) | Anionenaustauscher IRA-410 |
| Amine | Ammoniakähnlicher, dumpfer Geruch | Destillation durch Milchsäurestich verdorbener, mäuselnder Brennsäfte | Kationenaustauscher IR-120 |
| Zu hoher Extraktgehalt | Analytisch ermittelter Extraktgehalt von mehr als 100 mg/l (auf 100%igen Alkohol berechnet) | Unsachgemäße Behandlung des Brennsaftes oder Branntweines | Für Anionen: IRA-410 Für Kationen: IR-120 |
| Verschiedene and. störende Geruchsstoffe | Degustative Beurteilung | Verschiedene Ursachen | IRA-410, IR-120, Duolite A-7 |

Für die praktische Durchführung der Behandlung mit Ionenaustauschern stehen grundsätzlich zwei Verfahren zur Verfügung. Beim *Säulenverfahren* wird der zu verwendende Austauscher in eine senkrecht stehende Säule gefüllt, gemäss Anleitung (s. u.) regeneriert und die zu behandelnde Flüssigkeit am oberen Säulenende so einfliessen und durchfliessen gelassen, dass das Austauscherharz mit Flüssigkeit dauernd bedeckt ist. Dieses Verfahren hat den Vorzug, dass die zu entfernenden Stoffe quantitativ abgetrennt werden können, weil die zu reinigende Flüssigkeit auf ihrem Weg durch die Austauschersäule bis zur Erschöpfung des Austauschers durch unverbrauchtes Harz fließen muss. — Demgegenüber wird beim sog. *Batchverfahren* der Austauscher direkt in die zu behandelnde Flüssigkeit gegeben, ein Verfahren, welches höchstens im Falle kleiner Flüssigkeitsmengen zweckmässig ist.

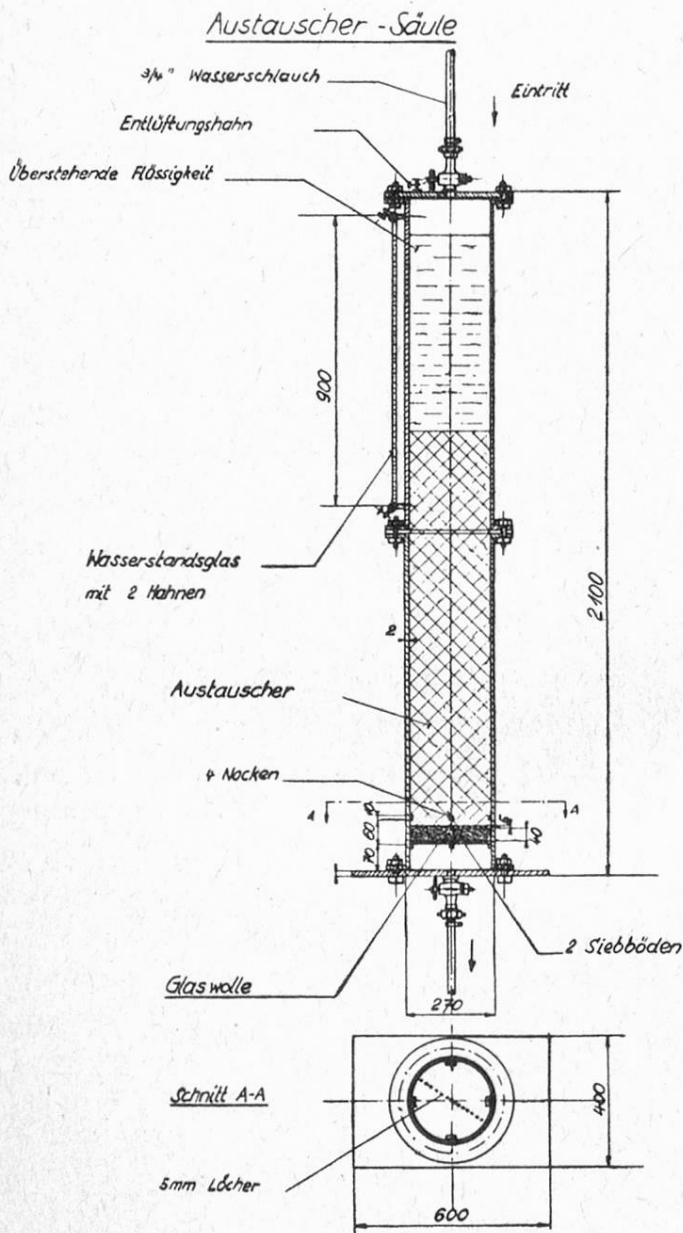


Abbildung 1

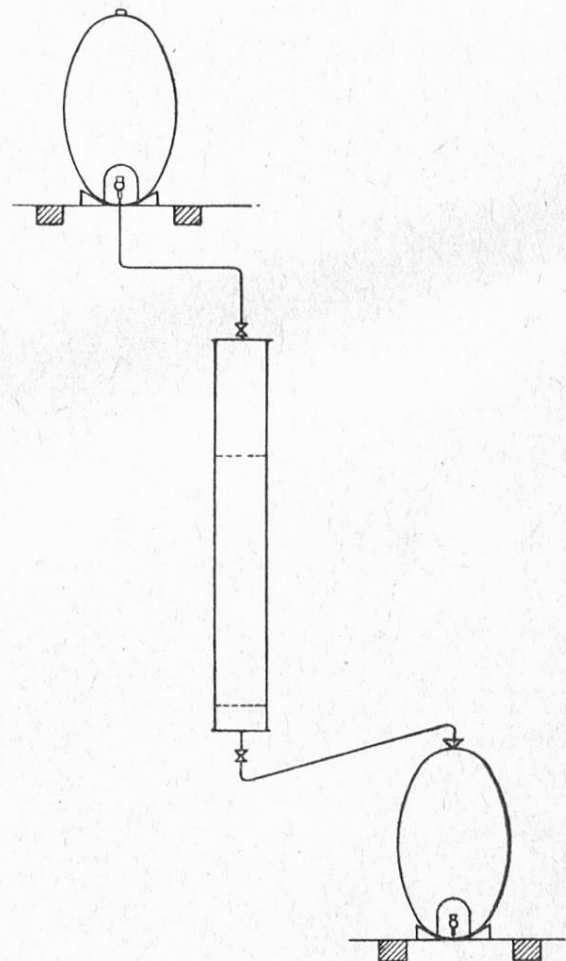


Abbildung 2

Für die Behandlung fehlerhafter Branntweine bedienen wir uns des Säulenverfahrens. Abbildung 1 zeigt eine Austauschersäule, welche in der vorliegenden Dimension etwa 50 Liter Austauscherharz aufzunehmen vermag. Die Stundenleistung dieser Säule beträgt ungefähr 180—240 Liter Branntwein, so dass im kontinuierlichen Betrieb pro Tag ca. 3300—5800 Liter Branntwein behandelt werden können. Sämtliche Einzelheiten betreffend den Aufbau der Apparatur und ihren Anschluss an die den Branntwein enthaltenden Gebinde sind aus den Abbildungen 1 und 2 ersichtlich. Zur Verhinderung des Auflöses von Eisen beim Regenerieren haben wir die Säule mit einem geeigneten Mittel ausgekleidet *).

Über die Aufnahmekapazität des für die Wiederherstellung eines fehlerhaften Branntweines zu verwendenden Harzes ist zu bemerken, dass dieselbe von der vorhandenen Menge der zu entfernenden Verbindung abhängig ist. Erfahrungsgemäss erschöpft sich eine Säule in der von uns verwendeten Grösse (50 Liter Austauscherharz) nach einem Durchfluss von 2500—5000 Litern Branntwein. Sobald die Erschöpfung durch Degustation oder analytisch festgestellt worden ist, muss das verwendete Austauscherharz regeneriert werden und ist alsdann für die Behandlung einer weiteren Menge Branntwein bereit.

Anlagen, wie sie in Abbildung 1 und 2 dargestellt sind, lassen sich in jeder beliebigen Grösse anfertigen, wobei sich die Dimension der Anlage nach der zu behandelnden Branntweinmenge zu richten hat.

Die Vorbehandlung der für die Wiederherstellung von Branntweinen zu verwendenden Austauscherharze

Die Regeneration bzw. «Aufladung» der für die Wiederherstellung von Branntweinen benötigten Austauscherharze erfolgt in der gleichen Säule, in welcher die anschliessende Behandlung des Branntweines ausgeführt wird. Im einzelnen ist mit den verschiedenen Austauscherharzen wie folgt zu verfahren:

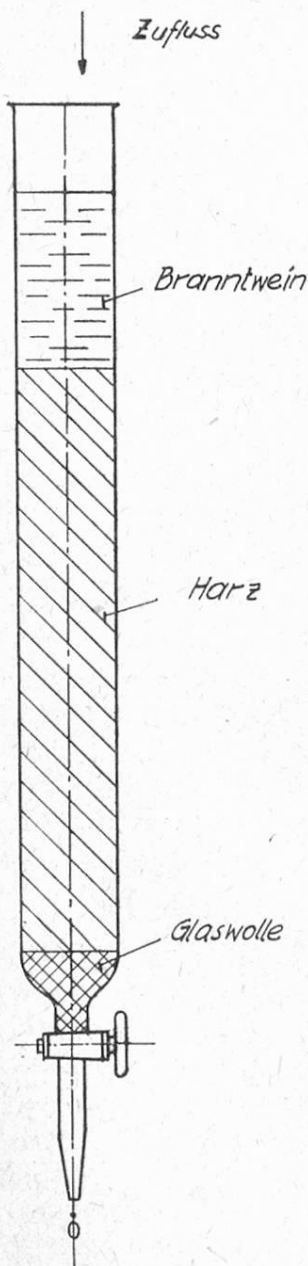
Anionenaustauscher IRA-410: Für die Regeneration dieses Austauschers werden pro Liter Harz 1,5 Liter einer 10%igen Natronlauge benötigt. Im Falle der Füllung der Austauschersäule mit 50 Litern eines solchen Harzes sind somit $50 \times 1,5 = 75$ Liter 10%ige Lauge im Verlauf von ca. 1 Stunde durch die Austauschersäule fliessen zu lassen. Anschliessend wird mit destilliertem Wasser so lange nachgespült, bis die abfliessende Flüssigkeit *neutral* reagiert, wobei ca. 100—150 Liter Wasser benötigt werden. Es ist darauf zu achten, dass das Harz *dauernd* von Flüssigkeit bedeckt bleibt. Nach beendigter Regeneration ist die Säule für die Behandlung des fehlerhaften Branntweines bereit.

*) Es wurde «Gaschell 7» der Fa. Radix AG, Steinebrunn TG, verwendet.

Kationenaustauscher IR-120: Dieser Austauscher benötigt für die Regeneration 1,5 Liter einer 10%igen Schwefelsäurelösung pro Liter Harz. Anschliessend an die Regeneration erfolgt auch hier das Nachwaschen mit destilliertem Wasser bis zu neutraler Reaktion.

Anionenaustauscher Duolite A-7 mit adsorbierender Wirkung: Die Regeneration erfolgt unter Verwendung von 600 cm³ einer 10%igen Natronlauge pro Liter Harz. Auch hier wird mit destilliertem Wasser nachgespült bis zu neutraler Reaktion.

Die Wiederherstellung fehlerhafter Branntweine



Als erstes ist der in einem Branntwein festgestellte Fehler zu ermitteln und entsprechend der zu entfernenden Verbindung das geeignete Harz auszuwählen. Falls die zu entfernende Verbindung nicht charakterisiert werden kann, wird durch Vorversuche abzuklären versucht, welcher Austauscher zum Ziele führt. Für diese Vorversuche verwenden wir einen sog. Vorstoss von ca. 25 cm Länge, welcher mit einem Hahnen versehen ist (Abb. 3). In die Verengung des Vorstosses wird etwas Glaswolle gestossen, um das Heraustreten des Harzes zu verhindern. Nun wird der Vorstoss zu etwa zwei Dritteln mit dem Austauscherharz IRA-410 beschickt und letzteres gemäss Anleitung regeneriert. Anschliessend werden etwa 60 cm³ des zu behandelnden Branntweines durchfliessen gelassen. Die ersten 30 cm³ werden verworfen und der anschliessend durchfliessende Anteil auf geruchliche und geschmackliche Reinheit geprüft. Bei negativem Ausfall der Vorprobe wird die Behandlung unter Verwendung der Austauscherharze IR-120 und Duolite A-7 wiederholt. — Sollte keines der 3 für die Branntweinbehandlung vorgeschlagenen Austauscherharze einen geruchlich und geschmacklich einwandfreien Branntwein ergeben, so ist noch zu prüfen, ob durch *kombinierte* Behandlung mit einem der aufgeführten Anionen- und Kationenaustauscher ein positives Ergebnis erhalten wird. Die Reihenfolge der Behandlung spielt dabei keine Rolle.

Abbildung 3

Es ist verständlich, dass durch die Behandlung der Branntweine mit Ionenaustauschern auch gewisse vorteilhafte Bouquet- und Geschmacksstoffe mitentfernt werden. Eine gewisse Beeinträchtigung der Qualität wird daher in Kauf genommen werden müssen.

Zusammenfassung

Es wird über die Wiederherstellung fehlerhafter Branntweine unter Verwendung von Ionenaustauscherharzen berichtet. Fehler, wie zu hoher Gesamtsäuregehalt, Metallgehalt, Böckser und zahlreiche andere lassen sich durch eine Austauscherbehandlung entfernen, ohne dass eine erneute Destillation des Branntweines nötig ist. Das Verfahren sowie das Vorgehen für die Anstellung entsprechender Vorproben wird beschrieben und eine Apparatur vorgeschlagen, welche sich für die Wiederherstellung der Branntweine im praktischen Betrieb eignet.

Résumé

On décrit la correction d'eaux-de-vie défectueuses au moyen d'échangeurs d'ions (résines). C'est ainsi qu'une acidité trop élevée, une teneur en métaux, le goût de bock et de nombreux autres défauts peuvent être supprimés par traitement avec un échangeur d'ions, sans qu'il soit nécessaire de recourir à une nouvelle distillation de l'eau-de-vie. Le procédé et le mode opératoire pour l'examen préliminaire des échantillons sont décrits et on propose un appareillage permettant la correction des eaux-de-vie dans la pratique.

Summary

Brandy may present various shortcomings, such as too great an acidity, the presence of metals, etc. Such brandies can be corrected by treatment with an ion-exchanger. The description is given of such a procedure and of the necessary equipment for an industrial production.

Literatur

- ¹⁾ Schweiz. Zeitschrift für Obst- und Weinbau **60**, 26, 44 (1951).