

Zeitschrift: Mitteilungen aus dem Gebiete der Lebensmitteluntersuchung und Hygiene = Travaux de chimie alimentaire et d'hygiène
Band: 51 (1960)
Heft: 4

Artikel: Der Nachweis von künstlichen organischen Farbstoffen in Orangenschalen
Autor: Suter, H. / Hadorn, H.
DOI: <https://doi.org/10.5169/seals-982921>

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: 15.10.2024

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

Der Nachweis von künstlichen organischen Farbstoffen in Orangenschalen

Von *H. Suter* und *H. Hadorn*

(Aus dem Laboratorium VSK, Basel)

Im Zusammenhang mit unserer Kontrolltätigkeit erhielten wir den Auftrag, Orangen auf künstliche Färbung zu prüfen. Nach der Schweiz. Lebensmittelverordnung ist das Färben von Obst und Südfrüchten nicht gestattet. Da es jedoch Länder gibt, wo das künstliche Anfärben der Schalen von Citrusfrüchten erlaubt ist, muss damit gerechnet werden, dass solche Produkte bei uns importiert werden. Nach den neuesten amerikanischen Verordnungen vom 17. März 1959 darf beispielsweise das 1-(2,5-Dimethoxyphenylazo)-2-Naphtol (Citrus Red Nr. 2) noch verwendet werden. Ausser einem knappen methodischen Hinweis von *Feuersenger*¹⁾ sind in der Literatur keine Angaben zum Nachweis von künstlichen Farbstoffen in Schalen von Citrusfrüchten zu finden, so dass sich einige systematische Versuche in diesem Zusammenhang aufdrängten.

Der Nachweis und die Identifizierung von künstlichen organischen Farbstoffen wird durch die gleichzeitige Anwesenheit der natürlich vorkommenden Carotinoide erschwert. *Curl* und *Bailey*²⁾ haben die Carotinoide von Schale und Saft der Valencia-Orange identifiziert. Es wurden dabei eine ganze Reihe solcher Verbindungen wie Lutein, Zeaxanthin, Violaxanthin, Kryptoxanthin usw. nachgewiesen. Die Hauptmenge der Carotinoide soll dabei in voll veresterter Form vorliegen. Beim Nachweis der künstlichen Farbstoffe wird es sich also darum handeln, diese von den Carotinoiden abzutrennen und anschliessend zu identifizieren. Günstige Trenneffekte erhält man bekanntlich durch Adsorptionschromatographie kombiniert mit der fraktionierten Elution. Auch die papierchromatographische Technik wurden in den letzten Jahren häufig zur Trennung von Farbstoffgemischen herangezogen. Es soll im folgenden versucht werden, das säulenchromatographische sowie das papierchromatographische Verfahren beim Nachweis von künstlichen Farbstoffen in Orangenschalen anzuwenden. Ferner soll die von *Feuersenger*¹⁾ empfohlene Schnellmethode überprüft werden.

I. Experimentelles

Für unsere Modellversuche haben wir folgende Farbstoffe verwendet:

Chemische Bezeichnung	Handels- oder Trivialname
Phenylazo-2-Naphtol	Sudan I
Dimethylamino-azobenzol	Dimethylgelb oder Buttergelb
1-Xylylazo-2-Naphtol *)	Oil Red XO oder FD and C Red No. 32

*) Früher in den USA für Citrusfrüchte zugelassen

Das in den USA zum Anfärben der Schalen von Citrusfrüchten zugelassene Citrus Red. Nr. 2 stand uns leider nicht zur Verfügung.

1. Ueberprüfung der Methode Feuersenger

Zum Nachweis der künstlichen Färbung in Citrusfrüchten misst *Feuersenger*¹⁾ direkt einen Cyclohexan-Auszug von 10 g Schalen im Spektralphotometer im Wellenbereich von 320 bis 500 m μ . Ueber die Art und Weise der Herstellung des Lösungsmittel-Auszuges sind keine genauen Angaben vorhanden. Zur Ueberprüfung dieser Schnellmethode haben wir 10 g ungetrocknete Schalen mit 30 ml Cyclohexan übergossen und unter häufigem Umschwenken 5 Minuten stehen gelassen. Hierauf wurde die Extraktlösung filtriert und im Spektralphotometer ausgemessen. Als Versuchsmaterial wurden mit Oil Red XO schwach gefärbte Orangenschalen verwendet. Vergleichshalber wurde auch ein Ansatz mit ungefärbten Schalen gemacht. Es gelang uns auf diese Weise nicht, den verwendeten künstlichen Farbstoff eindeutig nachzuweisen. Wir erhielten ein gemischtes Absorptionsspektrum von Carotinoiden und dem künstlichen Farbstoff, da auch die natürlichen Verbindungen teilweise in Lösung gegangen waren. Dieses abgekürzte Analysenverfahren dürfte nur in Ausnahmefällen zum Erfolg führen, beispielsweise dann, wenn die Schale infolge sehr schwacher natürlicher Färbung mit grösseren Mengen künstlicher Farbstoffe behandelt worden ist. Hier gelingt es nämlich, den Farbstoff, welcher zum Teil nur schwach an der Schalenoberfläche haftet, durch kurzes Eintauchen eines grösseren Schalenstückes in das Lösungsmittel zu bringen, ohne dass störende Mengen von Carotinoiden mitkommen. Wir haben einen solchen extremen Modellversuch durchgeführt und den dabei verwendeten Farbstoff nach dieser vereinfachten Methode identifizieren können.

2. Papierchromatographische Trennung der Farbstoffe

Thaler und *Scheler*³⁾ haben zum Nachweis von Teerfarbstoffen in Speisefetten säulenchromatographische und papierchromatographische Methoden miteinander kombiniert. Dabei wurde das aus 12 Komponenten bestehende Farbstoffgemisch auf der Säule adsorptionschromatographisch in mehreren Arbeitsgängen vorfraktioniert. Die endgültige Auftrennung der Vorfraktionen in die einzelnen Komponenten wurde papierchromatographisch mit 80 %igem Methanol als Fliessmittel durchgeführt.

Wir haben in eigenen Versuchen Gemische aus künstlichen Farbstoffen papierchromatographisch getrennt, wobei mit der Rundfiltertechnik gute Erfahrungen gemacht wurden. Die Resultate sind in der Tabelle 1 zusammengestellt. Die Trennungen waren überall befriedigend.

Versuche, künstliche Farbstoffe wie Sudan I, Dimethylgelb usw. papierchromatographisch von den Carotinoiden der Orangenschale zu trennen, blieben erfolglos. Trägt man einen verseiften und aufgearbeiteten Petrolätherextrakt in Mischung mit künstlichen Farbstoffen auf das Papier und chromatographiert

Tabelle 1

Papierchromatographische Trennung künstlicher Farbstoffe

Fliessmittel: Methanol-Wasser 80 : 20

Papiersorte: Schleicher-Schüll 2043 b

Farbstoff bzw. Farbstoffgemisch	Rf-Wert
Oil Red XO	0,69
Oil Red XO	0,70
Dimethylgelb	0,85
Oil Red XO	0,70
Sudan I	0,79
Oil Red XO	0,68
Sudan I	0,77
Dimethylgelb	0,84

mit 80 %igem Methanol als Fliessmittel, so bleiben die Carotinoide als Startfleck zurück. Die künstlichen Farbstoffe wandern nicht als selbständige abgetrennte Flecken, sondern ziehen sich bei der aufsteigenden Technik als langgezogene Streifen in die Höhe, wobei ein Teil davon ebenfalls auf dem Startfleck zurückbleibt.

3. Säulenchromatographische Trennung der natürlichen Farbstoffe

Es ist von Vorteil, die Carotinoide bzw. den Petrolätherextrakt vor der chromatographischen Trennung zu verseifen. Dadurch wird vermieden, dass die Xanthophyllester während der Trennung auf der Säule verseift werden und zu Störungen wie Schwanzbildung Anlass geben. Der verseifte Petrolätherextrakt wird anschliessend durch Ausschütteln mit 90 %igem Methanol in zwei Teile zerlegt, die dann einzeln chromatographiert werden. Dadurch kann die Beladung der Säule reduziert werden. Nach dem Ausschütteln eines in Petroläther gelösten Gemisches verschiedener Carotinoide mit 90 %igem Methanol, befinden sich nach *Strain*⁴⁾ die Carotine und Xanthophyllester in der Petroläther-, die Xanthophylle und Carotinoidsäuren in der Methanolphase. Freie Carotinoidsäuren und Xanthophylle konnten wir in Orangenschalen nicht nachweisen, da sich nach diesem Verfahren aus unverseiften Petrolätherextrakten keine gefärbten Verbindungen extrahieren liessen. Schüttelt man daher einen verseiften und in Petroläther gelösten Extrakt aus Orangenschalen mit 90 %igem Methanol, so gehen die Carotine in die Petrolätherschicht (Extraktfraktion 1), die aus der Verseifung hervorgegangenen Xanthophylle in die Methanolphase (Extraktfraktion 2).

Die Herstellung und Aufarbeitung der Schalenextrakte sowie die Durchführung der Chromatogramme sind im Abschnitt Methodik ausführlich beschrieben. Extrakte aus Orangenschalen, welche bei 100 Grad Celsius getrocknet wurden, haben ein anderes Absorptionsspektrum als solche aus ungetrockneten, was auf Veränderungen der Carotinoide zurückzuführen ist. Für unsere adsorptionschromatographischen Trennversuche haben wir stets getrocknete Schalen als Ausgangsmaterial verwendet. Da die Absorptionskurven der Carotinoide nicht zu ihrer eigentlichen Identifizierung, sondern nur zum Vergleich mit denjenigen der künstlichen Farbstoffe gebraucht wurden, ergaben sich aus diesem Vorgehen keine Nachteile. Als Adsorptionsmittel wurde Aluminiumoxyd mit 10 % Wasser verwendet, was der Aktivitätsstufe IV der *Brockmann'schen* Skala ⁵⁾ entspricht. Als elutrope Reihe bewährte sich die Folge Petroläther-Tetrachlorkohlenstoff-Benzol-Aether-Methanol, wobei die Uebergänge mit variablen Gemischen der genannten Lösungsmittel je nach Bedarf verfeinert wurden. In den Säulenchromatogrammen 1a und 1b ist die fraktionierte Elution eines Gemisches natürlicher Schalenfarbstoffe dargestellt. Von den gefärbten Eluatfraktionen wurden die Absorptionsspektren im sichtbaren Gebiet aufgenommen. Die Form der Absorptionskurven ist für Carotinoide typisch (siehe Abb. 1).

Tabelle 2
Säulenchromatogramm 1a

Auftrennung der Extraktfraktion 1 (Petrolätherphase) eines Orangenschalen-Extraktes

Säulendimensionen: 13 g Aluminiumoxyd mit 10 % Wasser
Durchmesser 1,6 cm
Höhe 5,6 cm
Substanzmenge: Extrakt aus 20 g getrockneten Schalen

Fraktion à 25 ml	Elutionsmittel	Eluatfarbe	Bemerkungen
1	Petroläther	gelb	scharfe Zone
2	Petroläther-Tetrachlorkohlenstoff 1 : 1	farblos	
3	Tetrachlorkohlenstoff	farblos	
4	Tetrachlorkohlenstoff-Benzol 19 : 1	farblos	Zone
5	Tetrachlorkohlenstoff-Benzol 9 : 1	farblos	
6	Tetrachlorkohlenstoff-Benzol 9 : 1	gelb	
7	Tetrachlorkohlenstoff-Benzol 3 : 1	stark gelb	
8	Tetrachlorkohlenstoff-Benzol 1 : 1	farblos	
9	Benzol	farblos	undeutliche Zone
10	Benzol-Aether 9 : 1	schwach gelb	
11	Benzol-Aether 3 : 1	farblos	
12	Aether	farblos	
13	Methanol	Spur gelb	

Tabelle 3
Säulenchromatogramm 1b

Auftrennung der Extraktfraktion 2 (Methanolphase) eines Orangenschalen-Extraktes

Säulendimensionen: 10 g Aluminiumoxyd mit 10 % Wasser
Durchmesser 1,6 cm
Höhe 4,3 cm
Substanzmenge: Extrakt aus 20 g getrockneten Schalen

Fraktion à 20 ml	Elutionsmittel	Eluatfarbe	Bemerkungen
1	Petroläther	farblos	
2-3	Petroläther-Tetrachlorkohlenstoff 1 : 1	farblos	
4	Tetrachlorkohlenstoff	farblos	
5-6	Tetrachlorkohlenstoff-Benzol 9 : 1	farblos	
7	Tetrachlorkohlenstoff-Benzol 8 : 2	gelblich	schwache Zone
8-9	Tetrachlorkohlenstoff-Benzol 1 : 1	gelb	
10a (10 ml)	Benzol	gelb	scharfe Zone
10b (10 ml)	Benzol	farblos	
11-13	Benzol-Aether 9 : 1	gelb	2 unsch. Zonen
14	Benzol-Aether 9 : 1	farblos	
15	Benzol-Aether 1 : 1	farblos	
16	Aether	farblos	
17	Methanol	gelb	scharfe Zone

4. Säulenchromatographische Trennung der künstlichen von den natürlichen Farbstoffen

Im folgenden wurden Orangenschalen, welche im Laboratorium mit verschiedenen künstlichen Farbstoffen angefärbt worden waren, getrocknet und extrahiert. Die Extrakte wurden in gleicher Weise aufgearbeitet und chromatographiert wie bei den in Abschnitt 3 beschriebenen Versuchen mit ungefärbten Orangen (siehe auch den Abschnitt Methodik).

Die Chromatogramme 2a und 2 b zeigen den Elutionsverlauf der Extraktfraktionen 1 bzw. 2 eines mit Oil Red XO gefärbten Extraktes.

Die Elutionsfolge zeigt in bezug auf die Lage der Zonen das gleiche Bild wie bei den Chromatogrammen 1a und 1b. Die zusätzlich vorhandene Zone für den künstlichen Farbstoff wird in Fraktion 2 eluiert. Oil Red XO ist in beiden Extraktfraktionen vorhanden, da der Farbstoff sowohl in Petroläther als auch in 90 %igem Methanol löslich ist. Wie aus Abb. 2 ersichtlich ist, entspricht das Absorptionsspektrum des in Fraktion 2 eluierten Farbstoffes genau demjenigen von reinem Oil Red XO (siehe auch Abb. 1). Der künstliche Farbstoff konnte also in diesem Fall vollständig von den Carotinoiden abgetrennt werden. Gleichartige Versuche wurden mit den Farbstoffen Dimethylgelb und Sudan I durchgeführt. Auf die Wiedergabe dieser Chromatogramme und Absorptionsspektren

Tabelle 4
Säulenchromatogramm 2a

Auftrennung der Extraktfraktion 1 (Petrolätherphase) eines mit Oil Red XO
gefärbten Orangenschalen-Extraktes

Säulendimensionen: 4,0 g Aluminiumoxyd mit 10 % Wasser
Durchmesser 1,6 cm
Höhe 1,7 cm
Substanzmenge: Extrakt aus 10 g getrockneten Schalen

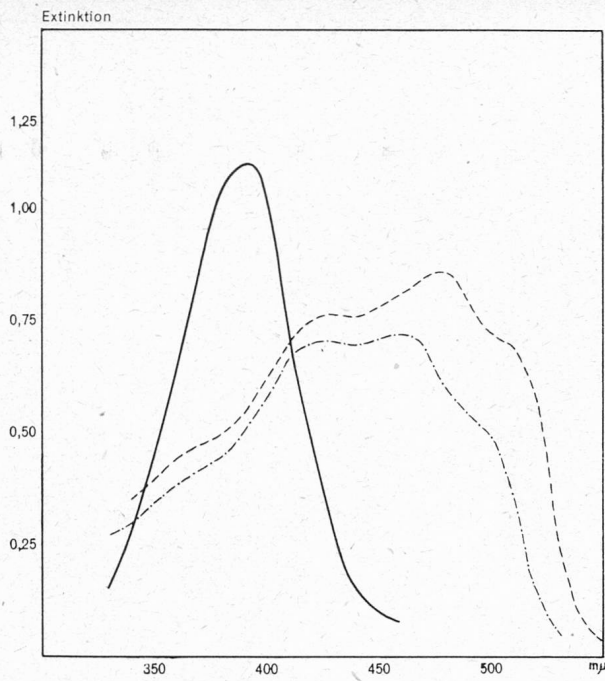
Fraktion à 12 ml	Elutionsmittel	Eluatfarbe	Bemerkungen
1	Petroläther	schwach gelb	schwache Zone
2	Petroläther-Tetrachlorkohlenstoff 1 : 1	gelborange	rötliche Zone
3	Tetrachlorkohlenstoff	farblos	
4	Tetrachlorkohlenstoff-Benzol 9 : 1	farblos	
5	Tetrachlorkohlenstoff-Benzol 3 : 1	stark gelb	Zone
6	Tetrachlorkohlenstoff-Benzol 1 : 1	Spur gelb	
7	Benzol	Spur gelb	
8	Benzol-Aether 9 : 1	schwach gelb	Zone

Tabelle 5
Säulenchromatogramm 2b

Auftrennung der Extraktfraktion 2 (Methanolphase) eines mit Oil Red XO
gefärbten Orangenschalen-Extraktes

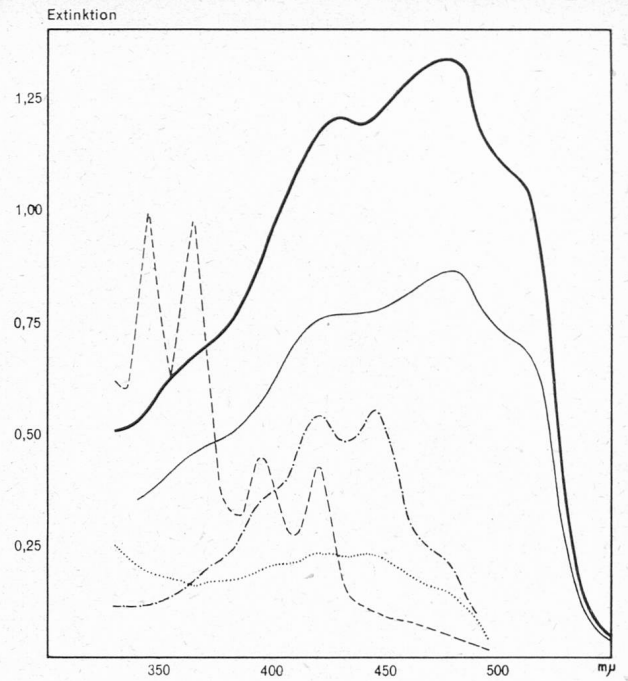
Säulendimensionen: 6,0 g Aluminiumoxyd mit 10 % Wasser
Durchmesser 1,6 cm
Höhe 2,6 cm
Substanzmenge: Extrakt aus 10 g getrockneten Schalen

Fraktion à 12 ml	Elutionsmittel	Eluatfarbe	Bemerkungen
1	Petroläther	Spur gelb	
2	Petroläther-Tetrachlorkohlenstoff 1 : 1	gelborange	rötliche Zone
3	Tetrachlorkohlenstoff	farblos	
4	Tetrachlorkohlenstoff-Benzol 9 : 1	farblos	
5	Tetrachlorkohlenstoff-Benzol 8 : 2	farblos	
6	Tetrachlorkohlenstoff-Benzol 1 : 1	Spur gelb	
7-8	Benzol	farblos	
9	Benzol	goldgelb	Zone
10	Benzol	farblos	
11	Benzol Aether 9 : 1	gelb	Zone
12	Benzol-Aether 8 : 2	gelblich	
13	Benzol-Aether 8 : 2	farblos	
14	Methanol	gelb	scharfe Zone



Figur 1
Absorptionsspektren künstlicher Farbstoffe
(in Petroläther)

- Dimethylgelb
- - - Oil Red XO
- · - Sudan I



Figur 2
Absorptionsspektren der gefärbten Eluatfraktionen
aus dem Säulenchromatogramm 2a

- - - Fraktion 1
- Fraktion 2
- · - Fraktion 5
- Fraktion 8
- Oil Red XO als Vergleich

kann verzichtet werden. Die künstlichen Farbstoffe wurden wiederum in Fraktion 2 mit Petroläther-Tetrachlorkohlenstoff eluiert, wobei sie mit Hilfe des Absorptionsspektrums identifiziert werden konnten. Die Form der Absorptionskurven der meisten künstlichen Farbstoffe ist derart, dass sie leicht von den Carotinoiden unterschieden werden können (vgl. Abb. 1).

Liegen Gemische künstlicher Farbstoffe vor, welche infolge ähnlicher Adsorptionseigenschaften trotz stark differenziert geführter Elution nicht voneinander getrennt werden können, muss das von *Thaler* und *Scheler*³⁾ empfohlene Verfahren angewendet werden. Das künstliche Farbstoffgemisch wird zuerst säulenchromatographisch von den Carotinoiden abgetrennt. Die Auftrennung in die einzelnen Komponenten erfolgt dann papierchromatographisch (siehe Abschnitt 2 und Methodik).

II. Methodik

Reagenzien

Methanolische Kalilauge: 25 g Kaliumhydroxyd werden in 100 ml 99%igem Methanol gelöst.

Aluminiumoxyd mit 10% Wasser: hergestellt aus wasserfreiem Aluminiumoxyd nach *Brockmann*.

Diverse organische Lösungsmittel pro analysi.

Ausführung

Herstellung des Extraktes. Die Orangenschalen werden zerkleinert und bei 100° C vollständig getrocknet. Hierauf werden 10 g getrocknete Schalen in ein Faltenfilter eingewogen und während 4 Stunden mit Petroläther im Extraktionsapparat extrahiert. Nach dem Abdestillieren des Lösungsmittels wird der Rückstand in 10 ml Methanol und 10 ml Aether gelöst und zur Verseifung mit 3 ml methanolischer Kalilauge versetzt. Nach vierstündigem Stehen (besser über Nacht) wird das Reaktionsgemisch in einen Scheidetrichter filtriert und mit 25 ml Wasser versetzt. Nach der Schichtentrennung wird die untere wässrige Phase abgelassen und nochmals mit 5 ml Aether ausgeschüttelt. Die beiden Aetherauszüge werden vereinigt und mit Wasser alkalifrei gewaschen. Nach der Trocknung mit wasserfreiem Natriumsulfat wird der Aether abdestilliert. Der Rückstand wird mit total 15 ml Petroläther in einen Scheidetrichter übergeführt. Dann schüttelt man mit 15 ml 90%igem Methanol aus. Die beiden Schichten werden getrennt aufgearbeitet und chromatographiert. Die Petrolätherschicht (Extraktfraktion 1) wird vollständig zur Trockene eingedampft. Den Rückstand löst man in 2,5 ml Petroläther. Die Methanolphase (Extraktfraktion 2) wird mit 20 ml Wasser und 20 ml Aether versetzt. Man schüttelt und wartet bis Schichtentrennung eingetreten ist. Die Aetherschicht wird mit wasserfreiem Natriumsulfat getrocknet und eingedampft. Den Rückstand löst man in 2,5 ml Petroläther.

Säulenchromatographische Trennung der Extraktfraktionen. Die beiden Extraktfraktionen werden getrennt chromatographiert. Die Säule wird wie folgt bereitet:

In ein Chromatographierrohr von 16 mm Durchmesser, 200 mm Länge und 4 mm Hahnbohrung führt man etwas Watte ein. Dann wird das Rohr mit Petroläther gefüllt. Wenn alle Luftblasen entfernt sind, wird eine dünne Schicht gereinigten Sandes eingefüllt. Hierauf werden 5 bis 7 g Aluminiumoxyd unter Beklopfen des Rohres eingefüllt und absitzen gelassen. Man öffnet den Hahn und lässt das Lösungsmittel ablaufen, bis das Aluminiumoxyd nicht weiter absitzt. Das Adsorbens muss dabei immer mit Lösungsmittel bedeckt bleiben. Die Säule wird dann mit einer Schicht Sand und einigen Glaskugeln abgeschlossen. Das Lösungsmittel wird nun ablaufen gelassen, bis es gerade noch die Säule bedeckt. Dann gibt man die in 2,5 ml Petroläther gelöste Eluatfraktion auf die Säule und lässt ohne Ueberdruck aufziehen. Hierauf wird in Fraktionen von 10 bis 12 ml Lösungsmittel eluiert, wobei mit Vorteil folgende eluotrope Reihe anzuwenden ist:

- Petroläther
- Petroläther-Tetrachlorkohlenstoff 1 : 1
- Tetrachlorkohlenstoff
- Tetrachlorkohlenstoff-Benzol 9 : 1
- Tetrachlorkohlenstoff-Benzol 8 : 2
- Tetrachlorkohlenstoff-Benzol 1 : 1
- Benzol
- Benzol-Aether 9 : 1
- Benzol-Aether 8 : 2
- Benzol-Aether 1 : 1
- Aether
- Methanol

Die einzelnen Lösungsmittelgemische können nötigenfalls mehrmals aufgegeben werden. Wenn der Durchlauf zu langsam ist, darf mit schwachem Ueberdruck perkoliert werden. Obige Elutionsfolge hat sich bei unseren Versuchen gut bewährt und gewährleistet gute Trennungen. Die von uns für die Modellversuche verwendeten künstlichen Farbstoffe Sudan I, Dimethylgelb und Oil Red XO wurden alle in der Fraktion 2, in welcher gleichzeitig kein natürlicher Farbstoff vorhanden ist, eluiert. Wenn beim Vorhandensein anderer künstlicher Farbstoffe die Verhältnisse nicht so günstig sein sollten und Kollisionen mit Carotinoidfraktionen auftreten, muss die obige Elutionsfolge an der betreffenden Stelle weiter differenziert werden. Eine allgemein gültige Vorschrift kann hier nicht gegeben werden.

Liegt in einer Eluatfraktion ein Gemisch aus 2 oder mehreren künstlichen Farbstoffen vor, welche auch durch starke Differenzierung der Elution nicht voneinander getrennt werden können, verfährt man folgendermassen:

Die Eluatfraktion wird auf eine genügende Farbstärke eingedampft. Dann trägt man die Lösung in üblicher Weise auf den Startpunkt eines Chromatographiebogens auf. Verwendet wird die Papiersorte Schleicher-Schüll 2043 b oder Whatman 1. Dann chromatographiert man mit 80 %igem Methanol als Fließmittel nach der aufsteigenden, absteigenden oder am besten nach der horizontalen Rundfiltrertechnik unter Benützung verschiedener Sektoren. Der Zuschnitt des Papiers sowie die apparative Ausführung des Sektorenverfahrens ist von verschiedenen Autoren⁶⁾⁷⁾ genau beschrieben worden. Die Identifizierung der Farbstoffe erfolgt mit Hilfe von Vergleichschromatogrammen bekannter Farbstoffe oder (und) durch Aufnahme der Absorptionsspektren der eluierten Flecken bzw. Streifen.

Die gefärbten Eluatfraktionen der säulenchromatographischen Trennung werden zur Trockene eingedampft. Dann löst man den Rückstand in Petroläther und bestimmt das Absorptionsspektrum mit einem Spektralphotometer. Die notwendigen Vergleichsspektren erstellt man mit den Eluatfraktionen eines Extraktes ungefärbter Orangenschalen sowie mit einer Anzahl künstlicher für die Färbung von Orangen in Frage kommenden Farbstoffe her.

Zusammenfassung

1. Es wurden verschiedene Methoden zum Nachweis von künstlichen Farbstoffen in Orangenschalen geprüft.
2. Das von *Feuersenger* vorgeschlagene Schnellverfahren eignet sich nach unseren Versuchen nur für spezielle Fälle starker Färbung.
3. Die künstlichen Farbstoffe liessen sich papierchromatographisch nicht sauber von dem natürlich vorkommenden Carotinoidgemisch trennen.
4. Durch Adsorptionschromatographie kombiniert mit der fraktionierten Elution konnten die künstlichen Farbstoffe einwandfrei isoliert werden.
5. Die Identifizierung der isolierten Farbstoffe wurde papierchromatographisch und mit Hilfe des Absorptionsspektrums durchgeführt.

Résumé

1. Examen de diverses méthodes de détection d'une coloration artificielle de l'écorce d'orange.
2. La méthode rapide de *Feuersenger* ne convient que pour les cas où la coloration artificielle est forte.
3. Par chromatographie sur papier les colorants artificiels ne se laissent pas bien séparer des carotinoïdes de l'écorce d'orange.
4. En combinant la chromatographie d'adsorption avec l'élution fractionnée les colorants artificiels sont parfaitement isolés.
5. L'identification des colorants isolés est faite par chromatographie sur papier et en déterminant leur spectre d'absorption.

Summary

Examination of various methods for the detection of artificial colouring of orange peel and description of a successful procedure based upon adsorption chromatography on Al_2O_3 followed by fractional elution. The isolated artificial colours are identified by paper chromatography and by determination of their absorption spectrum.

Literatur

- 1) *M. Feuersenger*, Deutsche Lebensmittel-Rundschau **51**, 268 (1955)
- 2) *A. L. Curl* und *G. F. Bailey*, J. Agric. Food Chemistry **4**, 156 (1956)
- 3) *H. Thaler* und *R. Scheler*, Z.U.L. **95**, 1 (1952).
- 4) *H. H. Strain*, Chromatographic Adsorption Analysis 129, 143 (Interscience Publishers, New York 1945)
- 5) *H. Brockmann* und *H. Schodder*, Ber. **74**, 73 (1941)
- 6) *M. Potterat*, diese Mitt. **47**, 66 (1956)
- 7) *H. Sulser*, diese Mitt. **48**, 17, 117 (1957)

Untersuchungen zur Rauchmethodik II

Beschreibung der eigenen Methode und Uebersicht der zurzeit üblichen Methodik der Zigarettenvorbereitung und des künstlichen Abrauchens

Von *P. Waltz* und *M. Häusermann*

(Aus der Abteilung für Forschung und Entwicklung der Vereinigten Tabakfabriken AG, Neuchâtel-Serrières)

Einleitung

Gegenwärtig besteht noch in keinem Land eine einheitliche offizielle Methode zur Bestimmung des Rauchteers und des Rauchnikotins in Zigaretten. Noch verwendet jedes Laboratorium diejenige Methode, die ihm am zweckmässigsten erscheint. Die im folgenden dargestellte Literaturübersicht lässt jedoch erkennen, dass die Mehrzahl der Verfahren eine Tendenz zur Angleichung der Bedingungen an die Bedingungen der übrigen Arbeitsgruppen zeigt.

Die Verschiedenheiten und die gemeinsamen Züge der zur Zeit üblichen Rauchmethoden sind im folgenden zusammengestellt, wobei das Thema nach Arbeitsschritten gesondert besprochen werden soll.

1. Auswahl des zu verrauchenden Musters
2. Konditionierung und Vorbereitung der Zigaretten
3. Definition der Filterwirksamkeit
4. Rauchbedingungen (abgerauchte Tabaklänge, Zugintervall, Zugdauer, Zugvolumen)