für die Anwesenheit von Alantwurzelpulver gelten. Denn die übrigen im deutschen Drogenhandel vorkommenden Kompositenwurzeln erwiesen sich, wie schon erwähnt, völlig frei von Phytomelan.

Bemerkt sei zum Schluß noch, daß nach den Untersuchungen Hanausek's Phytomelan im Perikarp sowie in Spreu- und Hüllblättern der Gattung *Inula* nicht auftritt.

Saccharinbestimmung in Nahrungsmitteln.

Von

Chem.-Ing. **Johann Karas.**

[Eingegangen am 3. März 1913.]

In der letzten Zeit hat die Verwendung der künstlichen Süßstoffe eine solche Verbreitung erreicht, daß es nötig erscheint, ihn mit allen Mitteln zu bekämpfen; es ist daher sehr häufig der Nachweis und die Bestimmung des Saccharins in Nahrungsmitteln erforderlich.

Bei allen Verfahren zum Nachweis des Saccharins wird dieses mit Äther, Benzol, Petroläther oder mit einem Gemische dieser Lösungsmittel extrahiert und nach dem Abdampfen des Lösungsmittels krystallisiert das etwa vorhandene Saccharin in Nadeln aus. Auf diese Weise läßt sich das Saccharin aber nur in ziemlich reinen Lösungen sicher nachweisen; solche Lösungen gelangen aber nur selten zur Untersuchung. Gewöhnlich enthalten die zu untersuchenden Flüssigkeiten verschiedene Stoffe, welche die Saccharinbestimmung nicht nur erschweren, sondern manchmal gänzlich illusorisch machen. So z. B. bilden Dextrine und Stärkelösungen mit dem Äther sehr dicke Emulsionen, welche sich auch nach einem längeren Stehen meist nicht trennen und auch durch eine starke Verdünnung mit neuen Mengen von Äther nicht beseitigen lassen.

Aus den Likören werden gewöhnlich Stoffe extrahiert, welche entweder das Auskrystallisieren des Saccharins verhindern, oder mit ihrem starken (bitteren, brenzlichen etc.) Geschmacke den süßen Geschmack mehr oder weniger verdecken. In diesem Falle muß das Saccharin nach Schmidt in Salicylsäure übergeführt, oder durch Schmelzen mit Soda und Salpeter die gebildete Schwefelsäure nachgewiesen werden. Störend wirkt ferner auch das aus Schokolade, Gebäck und ähnlichem extrahierte Fett.

Aus diesen Gründen versagen in manchen Fällen alle bisherigen Methoden für den Saccharinnachweis, wie man sich durch Versuche nach Zusätzen von Saccharin leicht überzeugen kann.

Ich suchte daher für den Saccharinnachweis ein Verfahren anzuwenden, bei dem möglichst reine Lösungen erzielt werden. Da sich bei der Analyse der Zuckercouleur Tannin mit einem Zusatze von Bleiessig als Klärungsmittel besonders bewährt¹⁾ hat, versuchte ich, dieses Mittel auch zum Zwecke des Saccharinnachweises

¹⁾ Vergl. Karas, Untersuchung der Zuckercouleur für finanzämliche Zwecke. — Archiv für Chemie und Mikroskopie 1912, Heft 5.

zu verwenden. Der erzielte Erfolg war überraschend günstig, trotzdem ich bei den Versuchen die ungünstigsten Umstände, welche bei der Saccharinbestimmung vorkommen können, gewählt habe.

So wurde z. B. ein fettes, mit Marmelade gefülltes Hausgebäck nach einem unbedeutenden Zusatze von Saccharin mit Wasser im siedenden Wasserbade extrahiert, bis die Stärke verkleistert war, sodaß die gewonnene Flüssigkeit durch Papier nicht mehr filtrierte. Oder es wurden Liköre mit einem Überschusse von verschiedenen Essenzen hergestellt und mit Stärkesirup versüßt. In einem Falle wurde fein geriebene Schokolade mit Butter verrieben und dann mit heißem Wasser extrahiert. Bei den Versuchen wurde immer nur eine geringe, zum Versüßen der Ware nicht ausreichende Menge von Saccharin zugesetzt. Es wurden 5 verschiedene Fabrikate von Saccharin verschiedener Herkunft verwendet, und zwar reines, krystallisiertes Saccharin, sowie Tabletten von verschiedener Süßkraft.

Bei der Klärung mit Tannin und Bleiessig wurden bei allen Versuchen die kolloidalen Stoffe, ja sogar auch Teerfarbstoffe gefällt, sodaß die gewonnenen, leicht filtrierenden Lösungen, welche die gesamte Menge des zugesetzten Saccharins enthielten, wasserhell waren.

Auf Grund dieser Ergebnisse habe ich weiter versucht, ob man auf diese Weise das Saccharin auch quantitativ bestimmen kann. Zu diesem Zwecke wurden wässrige Saccharinlösungen mit Tannin und Bleiessig behandelt, filtriert und eine abgemessene Menge des angesäuerten Filtrates mehrmals mit einer Mischung von Äthyl- und Petroläther extrahiert. Auch diese Versuche haben äußerst befriedigende Ergebnisse geliefert. So z. B. wurden durch eine viermalige Extraktion eines Filtrates, welches 0,0075 g Saccharin enthielt, 0,0073 g wiedergewonnen.

Es würde sich also zum Nachweise von Saccharin nachstehendes Verfahren empfehlen:

Aus der zu untersuchenden Flüssigkeit oder aus dem wässrigen Extrakte des Nahrungsmittels wird der etwa vorhandene Alkohol abgedampft und die Flüssigkeit konzentriert, bis sie einen deutlich süßen Geschmack hat. Nach dem Abkühlen wird eine wässrige Tannin-Lösung zugesetzt (auf 100 ccm der Flüssigkeit etwa 10 bis 15 ccm einer Lösung von 100 g Tannin in 1 l Wasser) und nach dem Umschütteln fügt man 5—8 ccm Bleiessig hinzu und filtriert. Dem Filtrate wird darauf Phosphorsäurelösung bis zu einer deutlich sauren Reaktion zugesetzt, von dem ausgeschiedenen Bleiphosphate wird abfiltriert und mit einem Gemische von gleichem Volumen Äthyl- und Petroläther ausgeschüttelt. Nach dem Abdampfen der ätherischen Lösung bleibt als Rückstand reines Saccharin, sodaß die weitere Überführung desselben in Salicylsäure oder Schwefelsäure fortfällt.

Falls eine Probe so viel Fett enthält, daß dieses teilweise mit dem Saccharin in den ätherischen Auszug übergeht, so wird die Lösung noch vor der Klärung mit Natronlauge bis zur alkalischen Reaktion versetzt und dann mit Äthyläther extrahiert; es wird aber kaum die Notwendigkeit dieser Extraktion vorkommen.

Zur quantitativen Bestimmung braucht man nur die in Arbeit genommene Substanzmenge festzustellen, die Klärung in Meßkolben vorzunehmen, eine abgemessene Filtratmenge viermal zu extrahieren und das gewonnene Saccharin zu wägen.