Zum Nachweis fremder Farbstoffe in Fetten.

Von

H. Sprinkmeyer und H. Wagner.

Mitteilung aus dem staatlichen Chemischen Untersuchungsamte für die
Auslandsfleischbeschau zu Goch.

In letzter Zeit ist mehrfach der Versuch gemacht worden, zubereitete Fette, besonders Talg, mit einem Zusatz fremder Farbstoffe in das Zollinland einzuführen. Dieser Umstand veranlaßte uns, sowohl die amtlichen Vorschriften als auch einige Literaturangaben über den Nachweis von fremden Farbstoffen in Fetten einer näheren Prüfung zu unterziehen. Wir haben dabei die Erfahrung gemacht, daß einzelne der angegebenen Methoden nicht mit genügender Sicherheit die Gegenwart fremder Farbstoffe erkennen lassen. Dagegen gelingt ein sicherer und schneller Nachweis eines Farbstoffzusatzes in Fetten nach einem von uns ermittelten und unten näher beschriebenen Verfahren.

Sowohl nach den Vorschriften der amtlichen „Anweisung für die chemische Untersuchung von Fleisch und Fetten“ Anlage d zu den Bundesratsbestimmungen D vom 30. Mai 1902 zum Reichsgesetz, betreffend die Schlachtvieh- und Fleischbeschau, vom 3. Juni 1900, als auch nach der „Anweisung zur chemischen Untersuchung von Fetten und Käsen“, Bekanntmachung vom 1. April 1898, soll zum Nachweise fremder Farbstoffe das geschmolzene Fett mit etwa der doppelten Menge absolutem Alkohol ausgeschüttelt werden. Der Farbstoffzusatz soll sich durch deutlich gelbe oder rötlichgelbe Färbung der erkalteten alkoholischen Lösung erkennen lassen.

Zum Nachweis bestimmter Teerfarbstoffe sind 2—3 g Fett in 5 ccm Äther zu lösen und die Lösung ist in einem Probierröhrchen mit 5 ccm Salzsäure vom spezifischen Gewichte 1,125 kräftig zu schütteln. Bei Gegenwart gewisser Azofarbstoffe ist die sich absetzende Salzsäureschicht deutlich rot gefärbt. Allerdings ist der Nachweis nach letzterem Verfahren recht leicht zu führen. Das Verfahren ist aber eben nur zum Nachweis gewisser Azofarbstoffe brauchbar. Nach der ersten Vorschrift durch Ausschütteln des geschmolzenen Fettes mit der doppelten Menge absoluten Alkohols ist ein Farbstoffzusatz, insbesondere bei Talg, zumal wenn er nur gering ist, oft recht schwer festzustellen. Es ist zu diesem Zwecke vielfach notwendig, den Talg mit absolutem Alkohol längere Zeit am Rückflußkühler auf dem Wasserbade zu erwärmen. Hierbei ist es nicht ausgeschlossen, daß geringe Mengen Talg bzw. Talgöl in Lösung gehen, die für sich schon den Alkohol färben können, sodaß dieses Verfahren keinen sicheren Anhaltspunkt für einen stattgehabten Farbstoffzusatz gibt. Weiterhin gaben Fette, die wir selbst mit sehr geringen Mengen Farbstoff versetzten, nach den amtlich vorgeschriebenen Verfahren keine oder nur recht schwache Färbungen des Alkohols.

Moore¹⁾ und Martin²⁾ wenden zum Nachweise fremder Farbstoffe Alkohol (Methyl- oder Äthylalkohol) und Schwefelkohlenstoff an. Der Alkohol soll den Farbstoff aufnehmen, während der Schwefelkohlenstoff das Fett gelöst enthalten soll. Bei mehreren, von uns selbst gefärbten Fetten versagte jedoch diese Methode, da der

¹⁾ Analyst 1886, 11, 163.

²⁾ Analyst 1887, 12, 70.

Schwefelkohlenstoff, der das Fett gelöst enthielt, beim Schütteln mit Alkohol den Farbstoff an diesen nicht abgab.

Sehr umständlich sind die Verfahren von Stebbins¹⁾ und Leeds²⁾, welche beide größere Mengen Fett, etwa 50–100 g, verwenden. Ersterer schüttelt das Fett mit Walkererde und extrahiert dann die mit Benzol vom Fett befreite Erde mit 94 0/0-igem Alkohol; letzterer löst das Fett in Petroläther, läßt bei sehr niedriger Temperatur 12–15 Stunden stehen und schüttelt mit $\frac{1}{10}$ N.-Alkalilauge aus, wodurch der Farbstoff dem Petroläther entzogen werden soll.

Auch nach diesen Methoden gelang es uns nicht, absolut sicher die Gegenwart fremder Farbstoffe nachzuweisen.

Ein sicherer Nachweis kann jedoch nach der von uns ermittelten Methode geführt werden. Man verfährt wie folgt:

10 ccm geschmolzenes Fett werden in einem kleinen Schütteltrichter, wie ein solcher zum Nachweis von Sesamöl in Margarine gebraucht wird, in 10 ccm Petroläther gelöst; die Lösung wird alsdann nach Zusatz von 15 ccm Eisessig kräftig durchgeschüttelt. Ein Farbstoffzusatz ist an der Gelb- oder Rosafärbung des sich als untere Schicht absetzenden Eisessigs erkennbar. Bei nur geringer Farbstoffanwesenheit empfiehlt es sich, die Eisessigfarbstofflösung in eine Porzellanschale zu bringen und sie auf dem Wasserbade einzulegen. Wir haben die Brauchbarkeit dieses Verfahrens sowohl bei gefärbter Butter und Margarine, als auch bei Fetten (Talg, Oleomargarin, Safranz, Anilin- und Alizarin- und Tropäolin, Pikrinsäure, der Butterfarbe des Handels etc. versetzten, erprobt. Stets ließ sich die Gegenwart des fremden Farbstoffes auf diesem Wege leicht erkennen; einige Farben, wie Alizarin- und Anilinsgelb, sowie Tropäolin geben dem Eisessig eine Rosafärbung.

¹⁾ Journ. Americ. Chem. Soc. 1887, 9, 41.

²⁾ Analyst 1887, 12, 150.

Referate.

Forense Chemie.

A. Grigorjew: Über die Zerstörung organischer Substanzen bei gerichtlich-chemischen Analysen. (Vierteljahresschr. gerichtl. Med. u. öff. Sanitätsw. 1905, 29, 74–78.) — Die zerkleinerten, bei 70–80° getrockneten Eingeweide u. s. w. werden im Mörser zerrieben und mit dem 10-fachen Volumen Schwefelsäure zuerst vorsichtig schwach erwärmt und dann stärker erhitzt. Die völlig verflüssigte Masse läßt man etwas erkalten, setzt 10 ccm rauchende Salpetersäure (1,52) zu und digeriert weiter. Man wiederholt dies noch einmal und wenn das Schäumen nachläßt, gießt man die Masse in einen langhalsigen Kjeldahl-Kolben, der in einem Babo'schen Siedebloch steht. Unter lebhaftem Sieden setzt man dann noch einmal 10 ccm rauchende Salpetersäure zu, bis keine braunen Dämpfe mehr entwickelt werden und die Flüssigkeit hellgelb geworden ist, was bei Anwendung von 10 g Trockensubstanz in 4–5 Stunden eintritt. Bei Anwesenheit großer Fettmengen geht die Zerstörung langsamer vor sich und es empfiehlt sich dabei, von vornherein der Schwefelsäure 20–30 0/0 Salpetersäure zuzusetzen. Die farblos und klar gewordene