

Zur Bestimmung von Gelatine in Rahmeis

Autor(en): **Fellenberg, Th. von / Werder, J.**

Objektyp: **Article**

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

Band (Jahr): **25 (1934)**

Heft 4-5

PDF erstellt am: **22.07.2024**

Persistenter Link: <https://doi.org/10.5169/seals-983268>

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.

Zur Bestimmung von Gelatine in Rahmeis.

Von Dr. TH. von FELLEBERG.

(Aus dem Laboratorium des Eidg. Gesundheitsamtes,
Vorstand: Prof. Dr. J. Werder.)

Die Eidgenössische Lebensmittelverordnung gestattet für Rahmeis einen Zusatz an Gelatine bis zu 0,6%. Daraus ergibt sich die Notwendigkeit einer Bestimmung dieses Zusatzes.

Zur Trennung der Gelatine von den Proteinstoffen der Milch schien es mir am günstigsten zu sein, vorerst einmal die Milcheiweisstoffe mit einem Fällungsmittel abzuscheiden, welches Gelatine nicht fällt und dann im Filtrat die Gelatine zur Fällung zu bringen und ihren Stickstoffgehalt zu bestimmen.

Als Fällungsmittel für die Milcheiweisstoffe bewährt sich ja Cuprisulfat bei der Zuckerbestimmung in Milch ausgezeichnet und da dies Reagens bekanntlich Gelatine nicht fällt, haben wir darin bereits das wie mir scheint ideale Trennungsmittel gefunden. Der Laugenzusatz, wie er in der Vorschrift für die Zuckerbestimmung angegeben ist, erübrigt sich hier natürlich, da er nicht zur Fällung der Eiweisstoffe notwendig ist, sondern erfolgt, um die Zuckerlösung nach der Fällung wieder annähernd zu neutralisieren.

Sehen wir zuerst, wie sich Gelatine unsern Reagentien gegenüber verhält. Zu unsern Versuchen wurde Gelatine Marke Gold benützt, da ja auch die Rahmeisindustrie selbstverständlich nur mit der feinsten Gelatine arbeiten darf. Der Trockensubstanzgehalt dieser Gelatine betrug 83,0%.

31,2 mg Gelatine = 25,9 mg Trockensubstanz wurden nach Kjeldahl verbrannt. Man fand 3,00 cm³ 0,1 n-H₂SO₄ = 4,2 mg Stickstoff, was einem Gehalt von 16,2% Stickstoff entspricht, während für reines Glutin in der Literatur 17,97% angegeben ist. Der Faktor zur Umrechnung des Stickstoffs in Stickstoffsubstanz würde beim reinen Glutin 5,57 betragen, während unsere Gelatine 6,15 ergibt, also nahezu genau den gebräuchlichen Faktor für Stickstoffsubstanz im allgemeinen, 6,25.

Es wurden nun folgende Versuche mit unserer Gelatine ausgeführt:

1. 32 mg Gelatine entsprechend 26,5 g Trockensubstanz werden in 25 cm³ warmem Wasser gelöst und mit 2,5 cm³ 5%iger Cuprisulfatlösung versetzt. Es entsteht keine Fällung. Man fügt 2,5 cm³ einer Phosphormolybdänsäurelösung hinzu, welche in 100 cm³ 20 g Phosphormolybdänsäure und 10 cm³ konzentrierte Schwefelsäure enthält. Es entsteht ein flockiger Niederschlag. Man zentrifugiert aus und giesst die klare Lösung ab. Der Rückstand wird mit 20 cm³ Wasser, welchem man etwas Phosphormolybdänsäurelösung zugesetzt hat, versetzt, geschüttelt und wieder zentrifugiert. Diesmal ist die abgegossene Lösung etwas trübe. Man verbrennt Niederschlag und Lösung getrennt nach Kjeldahl und findet folgende Proteingehalte unter Verwendung des Umrechnungsfaktors 6,15:

Niederschlag:	2,90 cm ³	0,1 n	= 25,0 mg	Gelatine	= 94,2 %
	0,10	»	0,1 n	= 0,86	» = 3,2 %
				zusammen	97,4 %

2. 36 mg Gelatine, entsprechend 29,9 mg Trockensubstanz, werden in gleicher Weise gefällt. Diesmal wird aber beim Waschen des Niederschlags der Zusatz an Phosphormolybdänsäure auf 1 cm³ zu 20 Wasser erhöht. Infolgedessen vermeidet man besser das Inlösungsgehen des Niederschlags und erhält eine klarere Flüssigkeit. Man findet im Niederschlag 3,3 cm³ 0,1 n = 28,5 mg Gelatine, was 95,2% ausmacht.

Diese Versuche zeigen, dass nicht die ganze Gelatine durch Phosphormolybdänsäure gefällt wird; es bleiben einige Prozente Reststickstoffsubstanzen in Lösung, Abbauprodukte, die dem Glutin anhaften.

Es wurden nun Versuche mit Rahm von 35% Fettgehalt ausgeführt. Bei dem einen Versuch wurden 5 cm³ Rahm ohne Zusatz, beim andern 5 cm³ Rahm + 30,2 mg Gelatine entsprechend 25,0 mg Trockensubstanz verwendet. Man verdünnt beide Proben mit Wasser auf 30 cm³, fällt mit 2,5 cm³ Cuprisulfatlösung, filtriert und fällt 25 cm³ klares Filtrat mit 2,5 cm³ Phosphormolybdänsäurelösung.

Durch Multiplikation mit 32,5/25 oder 1,3 erhält man den Wert für das ganze Volumen, also für 5 cm³ Rahm:

1. Ohne Gelatine: $0,53 \times 1,3 = 0,69$ cm³ 0,1 n, entsprechend 5,9 mg Gelatine
2. Mit Gelatine : $2,75 \times 1,3 = 3,57$ » 0,1 n, » 30,8 » »

Die Differenz für die zugesetzte Gelatine beträgt 24,9 statt 25,0 mg.

Nicht ganz befriedigend ist der Umstand, dass wir bereits im Rahm nach Ausfällung der hauptsächlichsten Proteinsubstanzen durch Cuprisulfat mit dem Phosphormolybdänsäurereagens wieder eine, wenn auch geringe Fällung finden. Sie macht 0,12% des Rahms aus. Es sind also Proteinsubstanzen in kleiner Menge in der Milch zugegen, welche sich unserm Fällungsreagens gegenüber ähnlich wie Gelatine verhalten. Es gelang nicht, diese Stoffe durch irgendwelche Fällungsmittel von der Gelatine abzutrennen. Ich entschloss mich daher zu einer Korrektur, welche darin bestehen muss, dass am Endresultat ein gewisser Abzug gemacht wird. Die Grösse des Fehlers kann natürlich im einzelnen Fall nicht genau bestimmt werden, sie hängt von der Zusammensetzung des Rahmeises ab. Um möglichst allen Fällen gerecht zu werden, wählen wir die Korrektur ziemlich hoch, wir setzen sie auf 0,1% fest.

Nun ist aber noch eine zweite Korrektur notwendig, da, wie erwähnt, nur ca. 95% der Gelatine durch Phosphormolybdänsäure gefällt werden. Wir tragen diesem Umstand Rechnung, indem wir den Umrechnungsfaktor des Stickstoffs in Stickstoffsubstanz 6,15 mit 1,05 multiplizieren. Es entspricht dann 1 cm³ 0,1 n-H₂SO₄ = $0,0014 \cdot 6,15 \cdot 1,05 = 0,0094$ oder abgerundet 0,009 g Gelatine.

Es wurden nun 3 Proben Rahmeis untersucht, wobei 5,00 g abgewogen, mit 25 cm³ Wasser verdünnt, bei 50° mit Cuprisulfat gefällt und wie oben weiter verarbeitet wurden. Man fand:

	cm ³ n-H ₂ SO ₄ auf 100 g	% Gelatine	korrigiert
1. Vanille	5,61	0,508	0,41
2. Mocca	5,21	0,470	0,37
3. Haselnuss	6,15	0,553	0,45

Die Werte liegen zwischen 0,37 und 0,45%, während der erlaubte Zusatz 0,6% beträgt. Nun erhalten wir aber durch die Analyse den Gehalt an Gelatinetrockensubstanz, während sich selbstverständlich die 0,6% auf lufttrockene Ware beziehen, wenn dies auch nicht ausdrücklich in der Verordnung angeführt ist. Da nun die von mir verwendete Gelatine 17,0% Wasser enthält — vor ungefähr einem Jahr fand Herr Ruffy in Gelatine derselben Marke 17,8% — entsprechen einem Gehalt von 0,6 g lufttrockener ziemlich genau 0,5 g trockene Gelatine, was in der Verordnung entsprechend berücksichtigt werden sollte.

Beschreibung der Methode.

Reagentien: 1. Cuprisulfatlösung, 5 g kristallisiertes Cuprisulfat in 100 cm³ (siehe titrimetrische Kupferbestimmung). 2. Phosphormolybdänsäurelösung; 20 g Phosphormolybdänsäure werden in ca. 60 cm³ Wasser unter Zusatz von 10 cm³ konzentrierter Schwefelsäure gelöst, die Lösung auf 100 cm³ aufgefüllt und von einem unlöslichen Rückstand abgossen.

5 g Rahmeis werden in einem 50 cm³ Becherglas auf 2 Stellen genau abgewogen, mit 25 cm³ Wasser versetzt, auf 50° angewärmt, mit 2,5 cm³ Cuprisulfatlösung versetzt und von den ausgefallenen Eiweissverbindungen der Milch abfiltriert. 25 cm³ Filtrat werden zur Fällung der Gelatine in einem geräumigen Reagensglas mit 2,5 cm³ Phosphormolybdänsäurelösung versetzt und nach einigen Minuten, wenn der Niederschlag flockig geworden ist, auszentrifugiert. Man giesst die klare Lösung ab, schüttelt den Rückstand mit 20 cm³ mit 1 cm³ Phosphormolybdänsäurelösung versetztem Wasser auf, zentrifugiert wieder und verbrennt den Rückstand nach *Kjeldahl*. Um ihn gut aus dem Reagensglas in den Kjeldahlkolben befördern zu können, löst man ihn in einigen Tropfen 10%iger Natronlauge und spült das Reagensglas mit Wasser nach.

Die Verbrennung erfolgt mit 2 cm³ konzentriertem H₂SO₄, Cuprisulfat und Kaliumsulfat wie im Abschnitt Pektin angegeben. Bei der Destillation werden 5 cm³ 0,1 n-H₂SO₄ vorgelegt.

Durch Multiplikation der verbrauchten cm³ 0,1 n-Schwefelsäure mit $\frac{32,5}{20} = 1,3$ erhält man den Verbrauch an 0,1 n-H₂SO₄ auf 5 g Rahmeis.

1 cm³ 0,1 n-H₂SO₄ entspricht 0,009 g trockener, bzw. $\frac{6}{5}$ mal mehr = 0,012 g lufttrockener Gelatine.

Vom Endresultat ist 0,1% abzuziehen für eine Milcheiweissfraktion, welche mitbestimmt wird.

Zusammenfassung.

Es wird eine Methode der Bestimmung von Gelatine in Rahmeis angegeben, welche darauf beruht, dass die hauptsächlichsten Proteinkörper der Milch mit Cuprisulfat und die Gelatine im Filtrat durch Phosphormolybdänsäure gefällt wird. Es wird bei der Berechnung berücksichtigt, dass die Gelatine nur zu ca. 95% gefällt wird; ferner wird am Endresultat ein Abzug gemacht für einen Rest von Milcheiweiss, welcher mit der Gelatine zur Ausfällung gelangt.

Oxymethylfurfurol-Mikrobestimmung durch Chromsäureverbrennung; Oxymethylfurfurol in Süssweinen.

Von Dr. Th. von FELLEBERG.

(Aus dem Laboratorium des Eidg. Gesundheitsamtes, Vorstand: Prof. Dr. J. Werder.)

Anlässlich der Neubearbeitung des Abschnittes «Wein» für die IV. Auflage des Schweizerischen Lebensmittelbuchs wurde ich von Herrn *Benvegnin*, Vorstand der chemischen Abteilung der Station fédérale d'essais viticoles in Lausanne, darauf aufmerksam gemacht, dass zu Süssweinen zugesetzte schweflige Säure selbst in grossen Mengen nahezu sofort gebunden wird, so dass sich freie schweflige Säure nicht mehr nachweisen lässt. Ich prüfte dies bei einem Malaga nach. Vorerst wurde die gesamte schweflige Säure nach der Methode der III. Auflage des Lebensmittelbuchs mit kleinen Modifikationen, die in der IV. Auflage berücksichtigt werden sollen, ausgeführt. Es wurden 418 mg gesamte schweflige Säure im Liter gefunden.

Nun wurde die freie schweflige Säure mit Hilfe der Beleuchtungsvorrichtung von *Benvegnin*¹⁾ titriert; ich fand 165 mg pro Liter, also ziemlich genau $\frac{1}{3}$ der gesamten schwefligen Säure. Darauf wurden 176 mg schweflige Säure zum Wein zugesetzt und die Bestimmung wiederholt. Man fand nur eine Kleinigkeit mehr, als ohne Zusatz. Da die Titration nicht ganz scharf ist — die blaue Farbe verschwindet nach kurzem wieder — konnte eine eindeutige Vermehrung nicht mit Sicherheit festgestellt werden. Damit war die Beobachtung von Herrn *Benvegnin* bestätigt, dass zugesetzte freie schweflige Säure sofort verschwindet. Aus diesem Resultat ging aber auch hervor, dass der Jodverbrauch bei der direkten Titration überhaupt nicht von schwefliger Säure herrühren konnte. Wenn die zugesetzte schweflige Säure sogleich gebunden wird, kann selbstverständlich vor dem Zusatz nicht ein Betrag von 165 mg freie schweflige Säure pro Liter vorhanden sein; der Jodverbrauch musste also von einer andern Verbindung herrühren, vielleicht von derselben Verbindung, welche die schweflige Säure bin-

¹⁾ Mitt., 22, 365, 1931.