

# Ueber den Nachweis von Nickel in Fetten und andern Nahrungsmitteln

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): **31 (1940)**

Heft 5-6

PDF erstellt am: **22.07.2024**

Persistenter Link: <https://doi.org/10.5169/seals-983999>

## **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.

buch aufgenommen werden; in der früheren Auflage war dies auch der Fall. Auf eine untere Grenzzahl für den  $P_2O_5$ -Wert könnte in Zukunft verzichtet werden. Dagegen sollte, wie es in dem hier mehrmals erwähnten Bericht der Süssweinkommission begründet wurde, der Glyzeringehalt mit mindestens 5 g im Liter normiert werden, da diese einer Menge von 6,0 Vol. % Gärungsalkohol entsprechen würden. Die Resultate für die Gesamt-, flüchtige und nichtflüchtige Säure, Asche und Alkalitätszahl bewegen sich in normalen Grenzen und geben keinen Anlass zu besonderen Bemerkungen. Insofern man auf weitere Grenzzahlen Wert legt, könnten diejenigen der Ph. H. V. übernommen werden.

Rohrzucker konnte bei keiner einzigen Probe nachgewiesen werden.

Anschliessend noch einige Bemerkungen über Mistellen, welche italienischer Provenienz waren. Allgemein wird angenommen, dass der Alkohol der Mistellen ausschliesslich zugesetzt wird. Die in der Tabelle angeführten Ergebnisse, namentlich die Glyzerinwerte zeigten aber, dass die benützten Moste sich in ziemlicher Gärung befunden haben müssen, als der Spritzusatz erfolgte. Letzterer beträgt 72—80% des Gesamtalkoholgehaltes. Offenbar liegen die Verhältnisse im italienischen Produktionsgebiete so, dass der abgepresste Most rasch in Gärung kommt, sodass der Gärungsalkohol 3—4 Vol. % erreichen kann. Es soll dies keine Bemängelung bedeuten, da übrigens die gleiche Erscheinung auch bei Samosmistellen beobachtet worden ist.

Im Sinne von Art. 17 der Lebensmittelverordnung vom 26. Mai 1936 wird man bei Malaga, Mistellen und Süssweinen überhaupt die Bezeichnung «naturrein», «Naturwein» oder dergleichen als unzulässig erklären müssen, im Hinblick auf die vorgenommene Aufspritung und den Zusatz von eingedicktem Traubenmost.

## Ueber den Nachweis von Nickel in Fetten und andern Nahrungsmitteln.

Von Dr. Th. von FELLEBERG.

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

### 1. Lassen sich hydrierte Fette in Seifen mittels der Nickelreaktion nachweisen?

Anlässlich der Arbeiten der schweizerischen Seifenkommission war die Frage zu beantworten, ob die Nickelspuren, die sich in hydrierten Fetten vorzufinden pflegen, in die Fettsäuren und nachher in die Seifen übergehen.

Herr Dr. Sturm, Chemiker der Seifenfabrik Steinfels in Zürich, war so freundlich, mir zu diesem Zweck ein hydriertes Fett und eine aus hydriertem Fett hergestellte Fettsäure zur Verfügung zu stellen. Da die Fettsäure aber nicht aus dem gelieferten Fett stammte, stellte ich selbst aus diesem noch die Fettsäure durch Verseifung mit Glyzerin-Natronlauge und Abscheidung mit wenig überschüssiger Schwefelsäure her und untersuchte sie ebenfalls. Nach welchem Verfahren der Fettsäure die von Sturm gelieferte Fettsäure gewonnen worden war, ist mir nicht bekannt.

Zunächst wurde das Fett auf Nickel untersucht. Man behandelte 10 g davon nach der Vorschrift des schweizerischen Lebensmittelbuches in einem Erlenmeyerkolben von 100 cm<sup>3</sup> mit 10 cm<sup>3</sup> Salzsäure (6+4) 30 Minuten auf dem Wasserbad unter häufigem Umschütteln. Nach Abgiessen der Hauptmenge des Fettes wurde durch feuchte Watte filtriert. Das Filtrat war gelb gefärbt. Man kochte aliquote Teile davon in Reagensgläsern bis auf einige Tropfen ein, machte sie mit Ammoniak alkalisch, kochte nochmals auf und filtrierte durch ein in einem kleinen Trichter von 3 mm Stieldicke befindliches Bäschchen aufgeschwemmten Filtrierpapiers. Auf dem Filter bleiben Eisenhydroxyd und andere schwebende Verunreinigungen zurück. Das klare, gelbe Filtrat wurde nun mit 1 Tropfen 1%iger alkoholischer Lösung von Dimethylglyoxym versetzt und nach etwa 2 Minuten langem Stehen durch ein ebensolches Filtrierpapierbäschchen filtriert. Das Bäschchen wird zum Schluss mit etwas Wasser ausgewaschen und zeigt nun je nach dem Nickelgehalt eine mehr oder weniger starke Rotfärbung an der Oberfläche. Der Nickelgehalt des Fettes betrug ca. 13 Gamma pro 10 g oder 1,3 mg im kg.

Analoge Versuche mit den beiden Fettsäuren aus hydrierten Fetten ergaben in 10 g keine Spur Nickel, während man 1 Gamma noch deutlich hätte wahrnehmen müssen.

Zur Feststellung des Nickelgehaltes wurde eine Skala mit bekannten Nickelmengen hergestellt. 12 mg NiSO<sub>4</sub>+7H<sub>2</sub>O, entsprechend 2,5 mg Ni wurden unter Zusatz von 1 cm<sup>3</sup> konz. Salzsäure zu 250 cm<sup>3</sup> gelöst. 1 cm<sup>3</sup> der Lösung beträgt 10 Gamma Nickel. Mengen von 0,1—1 cm<sup>3</sup> der Lösung, auf 1 cm<sup>3</sup> verdünnt, wurden mit einem Tröpfchen Ammoniak und mit 1 Tropfen Reagens versetzt und wie beschrieben filtriert. Mit 0,1 cm<sup>3</sup> oder 1 Gamma Nickel erhielt man eine recht schwache aber noch deutliche Färbung; es hatte keinen Zweck, die Verdünnung noch weiter zu treiben. Mit 10 Gamma erhielt man bereits eine tiefrote, satte Färbung, sodass es auch nicht tunlich war, noch grössere Mengen zu verwenden.

Das hier skizzierte Verfahren lehnt sich an dasjenige von *A. Torricelli*<sup>1)</sup> an, arbeitet aber einfacher und rascher. Torricelli dampft den salzsauren Auszug mit einer besondern Vorrichtung derart ein, dass der Rückstand auf einem mit Dimethylglyoxym getränkten kreisförmigen Stück Filtrierpapier von 20 mm Durchmesser konzentriert wird, welches sich je nach dem Nickelgehalt mehr oder weniger tief rot färbt. Diese Färbungen sind zwar gleichmässiger als die bei der Filtration durch die Filtrierpapierbäschchen erzielten: da aber doch nach dem einen oder andern Verfahren der Genauigkeit durch die Empfindlichkeit des Auges bald eine Grenze gesetzt ist, ziehe ich das einfachere Verfahren vor, besonders, da es ja hier mehr nur auf die Grössenordnung ankommt.

Bei der Herstellung der Filtrierpapieraufschwemmung ist es wichtig, dieses zuerst mit nur wenig Wasser kräftig zu schütteln und nur allmählich weiteres Wasser zuzufügen, bis ein Brei von der richtigen Konzentration und

<sup>1)</sup> Diese Mitt. 28, 36, 1937.



Feinheit erzielt ist. Man bringt dann eine kleine Menge mit einer Pincette auf den Trichter und bläst schwach darauf, so dass sich das Bäschchen am oberen Rand des Trichterstiels befindet. Es darf nicht fest gepresst sein, damit die Filtration nicht zu sehr gehemmt wird.

Es kann vorkommen, dass sich der rote Niederschlag von Nickel-Dimethylglyoxym nicht so rasch bildet. Man bewahrt daher das Filtrat vorläufig auf und filtriert es, falls es sich im Verlauf von etwa  $\frac{1}{2}$  Stunde wieder röten sollte, nochmals durch dasselbe oder durch ein neues Filter.

Es wurden nun noch einige Versuche mit hydriertem Erdnussöl gemacht, welche zeigten, dass das Herauslösen des Nickels aus dem Fett nicht so ganz einfach ist. Nimmt man einen zu kleinen Erlenmeyerkolben, so fallen die Werte u. U. viel zu niedrig aus. So erhielt man mit 10 g Fett in einem 50-cm<sup>3</sup>-Erlenmeyer 0—1 Gamma Nickel, während mindestens die sechsfache Menge da war. Als nämlich der Versuch unter Einblasen von Luft, diesmal in 100-cm<sup>3</sup>-Erlenmeyern, ausgeführt wurde, fand man in je 10 g Fett

bei 5 Minuten langem Erhitzen auf dem Wasserbad	3	Gamma	Ni
» 15 » » » » » »	4	»	»
» 30 » » » » » »	6	»	»
ohne Luftblasen nach 30 Minuten . . . . .	4	»	»

Der letzte Versuch war in einem 300-cm<sup>3</sup>-Erlenmeyer von ca. 8 cm Bodendurchmesser ausgeführt worden. Wenn man auf das Durchleiten von Luft verzichten will, soll man somit zum mindesten einen geräumigen Kolben verwenden.

Es sei noch ausdrücklich erwähnt, dass die beiden Fettsäuren aus hydriertem Fett auch bei Durchblasen von Luft keine Nickelreaktion gaben. Somit geht das Nickel bei der Fettspaltung, wenigstens bei saurer Fettspaltung, nicht oder nicht in merkbarer Menge in die Fettsäure. Die zur Zerlegung der Seife verwendete Säure löst das Nickel offenbar und führt es in die Unterlaugen. Es ist immerhin zu verwundern, dass diese Auflösung so leicht erfolgt, ohne dass ein grösserer Ueberschuss an Säure verwendet und ohne dass längere Zeit damit gekocht wird.

Wir sehen, dass es also nicht leicht gelingen wird, in einer Seife durch Nachweis von Nickel hydrierte Fette nachzuweisen.

#### *Zusammenfassung.*

Es ist nicht möglich, hydrierte Fette in Seife mittels der Nickelreaktion nachzuweisen, da die im hydrierten Fett vorhandenen Nickelspuren nicht in die Fettsäuren übergehen.

Es wird ein einfaches, bis auf 1 Gamma Nickel empfindliches Verfahren zum Nachweis und zur annähernden Bestimmung als Nickel-Dimethylglyoxym angegeben, welches darauf beruht, dass diese Verbindung durch ein Filtrierpapierbäschchen von ca. 3 mm Durchmesser filtriert und die entstehende Färbung mit entsprechenden Typenfärbungen verglichen wird.

Zum Herauslösen des Nickels aus dem Fett empfiehlt es sich, Luft durchzuleiten. Sieht man davon ab, so muss zum mindesten ein entsprechend gros-

ser Erlenmeyerkolben verwendet werden, damit die Berührungsschicht zwischen Fett und Säure möglichst gross und das Durchschütteln der Mischung möglichst wirksam wird.

## 2. Ueber den Angriff von Nickelkochgeschirr durch saure Früchte.

Im Zusammenhang mit einer eventuellen Gesundheitsschädigung durch nickelhaltige, hydrierte Fette steht auch die Frage der Löslichkeit von Nickel durch Nahrungsmittel, die in Nickelpfannen gekocht werden. Es war interessant, die Nickelmengen, die im einen und andern Fall eingenommen werden, miteinander zu vergleichen. Man machte einen Kochversuch mit Aepfeln, wobei allerdings die Kochdauer aussergewöhnlich lang ausgedehnt wurde, da man vermutete, es werde nur sehr wenig Nickel in Lösung gehen.

250 g Aepfel wurden mit 400 cm<sup>3</sup> Wasser und 25 g Zucker in einer bedeckten 2-Liter-Nickelpfanne gekocht und 70 Minuten in ganz leichtem Sieden erhalten. Es ergaben sich 435 g Mus von normaler Konsistenz, also 1,74 Teile auf 1 Teil Aepfel.

Ein Teil des Muses wurde sogleich herausgenommen und untersucht. Der Rest wurde 7 Stunden in der Pfanne belassen. Die an den Rändern haftenden Partien hatten sich in dieser Zeit direkt dunkel gefärbt, offenbar durch in Lösung gegangenes und als Nickeloxyd wieder ausgeschiedenes Nickel. Die Wandungen der Pfanne zeigten auch direkt eine leichte Korrosion.

Die Nickelbestimmungen wurden nach Verbrennen des Muses und Lösen der Asche in Salzsäure nach dem oben angegebenen Prinzip approximativ durchgeführt, indem man die Lösungen so weit verdünnte, bis man passende Reaktionen erhielt.

Man fand im frischen Apfelmus ca. 40 mg Nickel pro kg, in den an den Rändern anhaftenden dunkeln Partien des 7 Stunden gestandenen Muses ca. 10 g im kg, also 1 %.

Dass im letztern Fall nicht nur unlösliches Nickel in sehr grossen Mengen da war, sondern dass beim Stehenlassen auch das in Lösung gegangene sich vermehrt hatte, zeigte eine Untersuchung des Filtrates der beiden Proben. Diesmal handelt es sich aber nicht wieder um die Partien, die am Rand der Pfanne anhafteten, sondern um das Filtrat der Hauptmenge des Muses. Man fand im frischen Mus ca. 5 mg pro kg Filtrat, im gestandenen ca. 12 mg pro kg Filtrat.

Es gilt also für Nickelgefässe genau wie für diejenigen aus Kupfer, Messing und Aluminium, dass der Grad der Auflösung des Metalls sehr vom Luftzutritt abhängt. Auch hier muss als Regel gelten, dass saure Speisen nur kurz zu kochen und sofort abzugiessen sind.

Der Einfluss der Luft bestätigt den Befund, dass bei der Prüfung der hydrierten Fette auf Nickel die Auflösung des Metalls besser vor sich geht, wenn Luft durchgeleitet wird.