

Zeitschrift: Mitteilungen aus dem Gebiete der Lebensmitteluntersuchung und Hygiene = Travaux de chimie alimentaire et d'hygiène
Herausgeber: Bundesamt für Gesundheit
Band: 54 (1963)
Heft: 4

Artikel: Zur Bestimmung von Mikrogramm-Mengen Arsen
Autor: Furrer, H. / Staub, M.
DOI: <https://doi.org/10.5169/seals-982734>

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: 02.02.2025

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

MITTEILUNGEN

AUS DEM GEBIETE DER

LEBENSMITTELUNTERSUCHUNG UND HYGIENE

VERÖFFENTLICHT VOM EIDG. GESUNDHEITSAMT IN BERN

Offizielles Organ der Schweizerischen Gesellschaft für analytische und angewandte Chemie

TRAVAUX DE CHIMIE ALIMENTAIRE ET D'HYGIÈNE

PUBLIÉS PAR LE SERVICE FÉDÉRAL DE L'HYGIÈNE PUBLIQUE À BERNE

Organe officiel de la Société suisse de chimie analytique et appliquée

ABONNEMENT:

Schweiz Fr. 19.— per Jahrgang (Ausland Fr. 24.—) Preis einzelner Hefte Fr. 3.50 (Ausland Fr. 4.50)
Suisse fr. 19.— par année (étranger fr. 24.—) Prix des fascicules fr. 3.50 (étranger fr. 4.50)

BAND – VOL. 54

1963

HEFT – FASC. 4

Zur Bestimmung von Mikrogramm-Mengen Arsen

Von *H. Furrer*

(Aus dem kantonalen Laboratorium Zürich, Leitung: Dr. *M. Staub*)

In dieser Zeitschrift wurde vor einiger Zeit ein Analysenverfahren beschrieben, welches zum Ziele hat, die Bestimmung von Mikrogramm-Mengen mit betont einfacher Arbeitstechnik in guter Reproduzierbarkeit zu ermöglichen¹. Aus der aufgeschlossenen Probe erfolgt die Abtrennung des Arsens durch Extraktion im Scheidetrichter mit Diäthylammoniumdiäthylthiocarbaminat = DADDC (von *Strafford*² und Mitarbeitern erstmals beschrieben), und für die Bestimmung wird der blaue Arsen-Molybdän-Komplex benützt, wie er im einstufigen Verfahren nach *Hahn* und *Luckhaus*³ entsteht. Seither haben sich aus den Erfahrungen an einer größeren Anzahl Versuche heraus einige Verbesserungen ergeben, die eine Neuaufzeichnung der Arbeitsvorschrift als zweckmäßig erscheinen lassen.

1. Zum Aufschluß der Analysenprobe

Die wichtigste Verbesserung gegenüber dem früher beschriebenen Analysengang ist hier erfolgt, indem anstelle des sauren Naßaufschlußverfahrens jetzt ein alkalischer Trockenaufschluß mit Magnesiumnitrat benützt wird. Fast alle in der lebensmittelanalytischen Praxis zu bearbeitenden Stoffe lassen sich auf diese Weise

aufschließen. Nur wenn in Metallen, Porzellan, Gesteinen oder ähnlichen Materialien Arsen Spuren zu bestimmen sind, wird man den Säureaufschluß oder eventuell spezielle Aufschlußverfahren benutzen müssen.

Den Anstoß zu der weitgehenden «Kaltstellung» des Säureaufschlusses bei der Mikroarsenbestimmung hatte die Untersuchung einer Probe Fischmehl gegeben. In dieser war in mehrfach wiederholter Prüfung und bei aller Sorgfalt der Ausführung immer nur ein abnormal geringer natürlicher Arsengehalt von im Mittel $4,1 \mu\text{g As pro } 10 \text{ g Einwaage}$ gefunden worden. Dem Fischmehl zugesetztes Arsen (anorganisch gebunden als As(III)- und As(V)-salzlösungen, organisch als Nitrophenolarsonsäure) fand man — unter Berücksichtigung des obigen «natürlichen» Gehaltes — immer einwandfrei wieder. Daraufhin hatte man versuchsweise den alkalischen Trockenaufschluß mit Magnesiumnitrat eingesetzt und jetzt ließ sich auf einmal ein mehr als 10mal größerer natürlicher Arsengehalt feststellen, im Mittel $52 \mu\text{g As pro } 10 \text{ g Einwaage}$. Dieser Gehalt ließ sich in analogen Zusatzversuchen wie beim Säureaufschluß ebenso sauber bestätigen.

Hier mußte ein Versagen des sauren Naßaufschlusses vorliegen. Vermutlich wurde das labil gebundene Arsen bereits in den ersten Kontakten der Probe mit der Säure verflüchtigt, noch bevor Oxydation zu As(V) und stabile Bindung hatte erfolgen können. Obwohl ein solcher Fall eher Seltenheitswert besitzen dürfte, entschloß man sich, dem gefundenen Unsicherheitsfaktor Rechnung tragend, fortan wenn immer möglich den alkalischen Aufschluß mit Magnesiumnitrat anstelle des Säureaufschlusses anzuwenden.

Für das Arbeitsverfahren zur Zerstörung der organischen Substanz mit Magnesiumnitrat konnte man sich auf eine Vorschrift in den *Methods of analysis AOAC*⁴ stützen. Zu bewerkstelligen war noch ein geeigneter Übergang zur extraktiven Abtrennung des Arsens mit DADDC, was mit einfachen Mitteln gelang. Gegenüber dem Säureaufschluß bietet der alkalische Aufschluß mit Magnesiumnitrat folgende Vorteile: zuverlässigere Erfassung labil gebundenen Arsens, einfachere Arbeitstechnik (der Aufschluß verläuft sozusagen von selbst), erheblich geringerer Aufwand an Material und an Arbeit.

Auf die Reproduzierbarkeit der Resultate bei Benützung des Magnesiumnitrat-Aufschlusses prüfte man mit Mehrfachbestimmungen und mit Arsenzusatzversuchen. Die Abweichungen wurden innerhalb $+1$ bis $-2 \mu\text{g As}$ (pro Einwaage) gefunden, also noch etwas günstiger als in der früheren Arbeit¹.

2. Zur Abtrennung und Bestimmung des Arsens

Es hat sich gezeigt, daß beim *Aufschluß des DADDC-Rückstandes* mit der Mischsäure der Zeitpunkt des Beginns der Entwicklung von Schwefelsäuredämpfen durch andere Analytiker manchmal bereits dann angenommen wurde, wenn sich erst die dünnen Perchlorsäurenebel noch vermischt mit etwas braunen Stickoxyden entwickelten. Darauf erfolgte das anschließende Erhitzen von 1 min. Dauer (gemäß Vorschrift) unbemerkt zu früh, d. h. bei zu niedriger Temperatur. Im Reaktionsgemisch konnten so Reste bzw. Zersetzungsprodukte der Salpetersäure und der Perchlorsäure verbleiben, was schließlich zum völligen Versagen der Bestimmung führte, indem später in der sauren Phase der Komplexbildung

eine mehr oder weniger rasche Zerstörung der anfänglich aufgebauten Molybdänblaufärbung eintrat. In Versuchsreihen ließ sich feststellen, daß ein 2½–3 min. langes Erhitzen anstelle von nur 1 min. Dauer noch keineswegs zu Verlusten von Arsen führt, zur sicheren Entfernung von die Komplexbildung störenden Stoffen jedoch ausreichend ist (selbst bei falscher Annahme des Siedebeginns der Schwefelsäure).

Bei der *Messung der Farbstärke* ist zu beachten, daß bei den Spektralphotometern der wirklich zuverlässige Meßbereich nur innerhalb Lichtdurchlässigkeiten von 10–80 % liegt. Die zu messenden Extinktionswerte sollen also nicht unter $E = 0,1$ und nicht über $E = 1,0$ liegen. Bei Farbstärken, welche mit der 20 mm-Küvette Extinktionswerte über 1,0 liefern, arbeitet man zweckmäßig mit kleineren Küvetten, zum Beispiel 10 mm evtl. sogar 5 mm. Der dem gefundenen Extinktionswert zugehörige Arsengehalt wird entsprechend vervielfacht (das ist zulässig, da die Bildung der Farbstärke der As-Konzentration bis über 300 µg As pro 50 ml proportional bleibt). Ist bei kleinem Arsengehalt (unter 10 µg As/50 ml) mit der 20 mm-Küvette ein Extinktionswert unter 0,1 zu erwarten, so kann man – bei bereits ausgeführter Farbreaktion – mit einer 40 mm-Küvette messen; besser ist es aber, vor der Farbreaktion, direkt zum übergespülten Säureaufschluß des DADDC-Rückstandes im 50 ml-Meßkolben, eine 20 oder 30 µg As entsprechende Arsen(V)-Eichlösung zuzusetzen (worauf dann die Neutralisation mit Ammoniak folgt). Dank der ausgezeichneten Reproduzierbarkeit der Eichwerte lassen sich sehr kleine Arsengehalte so zuverlässiger bestimmen.

Bei der Aufbewahrung der Reagenslösungen ist zu beachten, daß Gläser manchmal beträchtliche Mengen Arsen in die Lösungen abgeben können. So konnte man zum Beispiel beim Aufschluß-Reagens schon nach wenigen Wochen eine Blindwertzunahme von mehreren µg As feststellen. Absolut stabil blieben die Lösungen dagegen, wenn sie in Kunststoffflaschen (Polyäthylen) gelagert wurden. Für das Aufschluß-Reagens, das Molybdänreagens, die Arsen(V)-Eichlösungen und die 3n-Schwefelsäure ist das Aufbewahren in Kunststoffflaschen besonders zu empfehlen.

3. Die neue Arbeitsvorschrift

a) Reagenzien

Es sind nur Chemikalien *reinst zur Analyse*, zu verwenden.

1. Aufschluß-Reagens: 105 g $Mg(NO_3)_2 \cdot 6 H_2O$ und 75 g MgO werden in 1 Liter Wasser aufgelöst bzw. aufgeschwemmt. Das Reagens ist jeweils unmittelbar vor der Zugabe zur Analysenprobe sehr gut durchzumischen. Die Zusatzmenge richtet sich nach der Probeneinwaage, und zwar werden bis zu 2,5 g ungefähre Trockensubstanz 10 ml Aufschluß-Reagens, bei 5 g Trockensubstanz 20 ml, bei 10 g 40 ml usw. verwendet.
2. Ca. 3n-Schwefelsäure: 83 ml Schwefelsäure (96 %) werden mit Wasser zu 1 Liter verdünnt.
3. Kaliumjodidlösung: 25 g KJ werden mit Wasser zu 100 ml Lösung gebracht.
4. Natriumpyrosulfitlösung: 2 g $Na_2S_2O_5$ werden mit Wasser zu 100 ml Lösung gebracht.

5. DADDC-Lösung: 5 g Diäthylammonium-diäthylthiocarbamat* werden mit Chloroform zu 1 Liter Lösung gebracht.
6. Mischsäure: Gemisch von 2 Vol Schwefelsäure (96 %), 1 Vol Salpetersäure (65 %) und 1 Vol Perchlorsäure (70 %).
7. Ammoniaklösung: 25 %, $D = 0,910$.
8. Indikatorlösung: Kalt gesättigte, wässrige Lösung von 2,4-Dinitrophenol (α -Dinitrophenol).
9. Molybdänreagens 6,85 g Natriummolybdat $\text{Na}_2\text{MoO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ und 400 mg Hydrazinsulfat werden in einem geräumigen Kolben in 100 ml Wasser völlig aufgelöst. Dann fügt man unter Umschwenken 100 ml Schwefelsäure (96 %) zu. Es entsteht sofort eine tief dunkelblaue Lösung, die nach völligem Erkalten mit ca. 700 ml Wasser in einen 1-Liter-Meßkolben gespült, abgekühlt und zur Marke verdünnt wird. Die Lösung ist jetzt hellbraun gefärbt. Reagenslösung und Probelösung werden immer im Verhältnis 1 : 4 gemischt.

b) Ausführung

Die Analysenprobe wird in eine Porzellanschale mit flachem Boden und Ausguß (ca. 10 cm Durchmesser) eingewogen. Die der Einwaage (Trockensubstanz) entsprechende Menge Aufschluß-Reagens (gut aufgewirbelt) wird zugesetzt und noch soviel Wasser zugefügt, daß ein gutes Durchmischen mit Glasstab möglich ist. Der Glasstab wird mit wenig Wasser abgespült und die Masse zuerst auf dem Wasserbad und anschließend im Wärmeschrank zur Trockene gebracht. Der Rückstand wird dann über dem Pilzbrenner erhitzt, bis eine allfällige starke Rauchentwicklung nachläßt. Anschließend wird im Muffelofen bei 580–600 ° C während 2–3 Stunden fertig verascht. (Leicht kohlehaltiger Rückstand stört nicht). Das Herausnehmen der Probe aus dem Glühofen hat vorsichtig zu erfolgen, um Verluste der lockeren Asche durch Wegblasen zu vermeiden.

Nach dem Auskühlen wird die Asche vorsichtig tropfenweise mit Wasser angefeuchtet. In einem Erlenmeyer-Kolben mischt man 50 ml ca. 3n-Schwefelsäure mit 5 ml Schwefelsäure (96 %) und fügt diese Lösung zum Rückstand. Mit einem Uhrglas bedeckt, wird die Probe während 15 min. auf dem siedenden Wasserbad gehalten, wobei durch zeitweiliges Umrühren mit Glasstab die Digeration des Rückstandes gefördert wird. Man läßt bis ca. handwarm abkühlen und spült Uhrglas und Glasstab mit ein paar ml Wasser ab. Der Ausguß der Porzellanschale wird nun an der Unterseite mit einer Spur Vaseline bestrichen, um ein Nachziehen der Flüssigkeit beim Abgießen zu vermeiden. Die schwefelsaure Lösung wird durch ein glattes Filter (Weißband, mittel, $\phi = 12,5$ cm) in einen 250 ml-Scheidetrichter, bzw. einen 150 ml-Meßkolben**), filtriert. Mit 50 ml ca. 3 n-Schwefelsäure werden Schale und Filter nachgespült.

* Diäthylammonium-N, N-diäthylthiocarbamat, Reagens auf As, Präparat der Firma Dr. Theodor Schuchardt, München, oder eigene Herstellung nach Bode und Neumann⁵.

** Bei ganz unbekanntem Arsengehalt wird mit ca. 3n-Schwefelsäure zunächst auf ein bestimmtes Volumen verdünnt, worauf ein aliquoter Teil (mit ca. 3n-Schwefelsäure auf 100 ml ergänzt) zur Vorextraktion weiter benützt wird.

Die klare Lösung im Scheidetrichter wird zur *Vorextraktion* zweimal mit je 20 ml DADDC-Lösung 2 Minuten geschüttelt. Bei Anwesenheit großer Mengen störender Metalle (Cu, Bi) wird mit mehr und evtl. konzentrierterer DADDC-Lösung (1 %) extrahiert, bis die Extraktlösungen farblos oder nur noch ganz schwach gefärbt erscheinen. Die Extraktlösungen werden nach sauberem Abtrennen verworfen. Darauf schüttelt man ein paar Sekunden mit 5 ml Chloroform aus und verwirft dieses ebenfalls. Die Trennung der Phasen erfolgt innert wenigen Augenblicken. Man achte darauf, daß die wässrige Phase nicht in das Rohr des Ablaufstopfens eintritt*. Die schwefelsaure Lösung wird jetzt (zusammen mit Chloroformspuren) in einen 150 ml-Erlenmeyer-Kolben abgelassen und der Scheidetrichter mit 4–5 ml ca. 3n-Schwefelsäure nachgespült.

Zur *Reduktion* wird die Lösung mit 2 ml Kaliumjodidlösung und 1 ml Natriumpyrosulfitlösung versetzt, 10 Minuten auf dem siedenden Wasserbad gehalten, und dann abgekühlt (bis ca. handwarm). Sollte die zugesetzte Menge $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_5$ -Lösung nicht ausreichen, um das bei Reduktionsreaktionen frei werdende Jod wegzubinden (was an einer zunehmenden Gelb- bis Braunfärbung der Reaktionsflüssigkeit während dem Erhitzen erkannt wird), so wird sofort mehr Sulfitlösung, evtl. sogar festes $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_5$ in Mengen von ca. 50 mg (Spatelspitze) zugefügt, bis zum Verschwinden der durch Jod bedingten Färbung. Die Lösung wird daraufhin in den Scheidetrichter zurückgegossen und der Erlenmeyer-Kolben mit 4–5 ml ca. 3n-Schwefelsäure nachgespült.

Nun wird zur *Extraktion des As* mit 15 ml DADDC-Lösung 2 Minuten ausgeschüttelt. Die Chloroformphase wird in einen 100 ml-Scheidetrichter abgetrennt und die Extraktion noch zweimal mit je 5 ml DADDC-Lösung wiederholt. Zum Abschluß wird kurz mit 5 ml Chloroform nachgewaschen.

Die vereinigten Chloroformphasen werden 15 sec. mit 10 ml ca. 3n-Schwefelsäure geschüttelt und nach sauberem Abtrennen in ein 50 ml Erlenmeyer-Kölbchen abgelassen. Die Schwefelsäure wird kurz mit 2–3 ml Chloroform gewaschen und das letztere den Extraktlösungen zugefügt.

Das Chloroform wird auf dem Wasserbad weggedampft (Glassiedeperlen!). Zum Rückstand gibt man 4 ml Mischsäure und erhitzt auf dem Asbestdrahtnetz über kleiner Flamme oder auf einer Heizplatte. Vom Moment an, wo die braunen Stickoxyde verschwunden sind und im Gefäß sich dicke, weiße Schwefelsäuredämpfe entwickeln, wird noch $2\frac{1}{2}$ –3 Minuten weiter erhitzt (Gesamtdauer des Aufschlusses 5–6 Minuten).

Nach dem Erkalten verdünnt man mit etwas Wasser, gießt die Flüssigkeit in einen Meßkolben von 50 ml Inhalt und spült mit einigen ml Wasser nach (Volumen ca. 25 ml). Man kühlt ab, läßt dann aus einer Bürette 4,5 ml Ammoniaklösung (25 %) unter Umschwenken zufließen, kühlt nochmals ab, setzt 5 Tropfen Indikatorlösung zu und fährt fort mit tropfenweiser Zugabe von Ammoniaklösung (25 %), bis auf ein Tropfen genau die Lösung sich deutlich gelb färbt.

* Zum Einfetten der Glasschliffe am Scheidetrichter benützt man 1 Tropfen ca. 3n-Schwefelsäure.

Zur *Farbreaktion und Bestimmung* setzt man der Lösung 10 ml Molybdänreagens zu, füllt mit Wasser zur Marke auf, mischt und stellt den Meßkolben für 30 Minuten *in* ein siedendes Wasserbad. Dann wird rasch abgekühlt und mit Wasser zur Marke ausgeglichen. Die Absorption der Lösung kann unmittelbar anschließend, oder aber noch nach 12 Stunden, bei 840 nm gemessen werden.

Normalerweise arbeitet man mit 20 mm-Küvetten. Bei großer Farbstärke ($E = > 1,0$) werden 10 mm- evtl. 5 mm-Küvetten verwendet. Ist mit sehr kleinen Arsengehalten zu rechnen (unter 10 μg), so wird vor der Farbreaktion (beim Übergießen in den Meßkolben) eine bestimmte Menge Arsen(V)-Eichlösung (entsprechend 20 oder 30 μg As [V]) vorgegeben. Als Vergleichsprobe bei der Messung dient eine Lösung von 10 ml Molybdänreagens und 5 Tropfen Indikatorlösung, aufgefüllt mit Wasser zu 50 ml Volumen (kein Erhitzen). Der Arsengehalt wird einer Eichkurve entnommen, bzw. mit dem Faktor der geradlinigen Kurve berechnet.

Der Blindwert der Chemikalien wird festgestellt, indem der ganze Analysengang mit den bei einer Probenanalyse eingesetzten Reagenzienmengen durchgeführt wird, wobei vor der Farbreaktion wie oben angegeben eine bestimmte Menge Arsen(V)-Eichlösung vorgegeben wird.

Für die *Erstellung der Eichkurve* geht man am besten so vor: 1,320 g Arsen trioxid (As_2O_3 doppelt sublimiert *Merck*, z. A.) = 1000 mg As(III) werden mit 20 ml 2n-NaOH gelöst und mit Wasser auf 1 Liter verdünnt. 50 ml dieser Lösung = 50 mg As(III) werden auf 1 Liter weiter verdünnt und 20 ml dieser Lösung = 1000 μg As(III) werden in einem Erlenmeyer-Kolben mit 10 ml Schwefelsäure (96 %) und 1 ml Wasserstoffperoxyd (30 %) versetzt und dann erhitzt, bis dicke weiße Schwefelsäuredämpfe entweichen. Nach dem Erkalten spült man mit einigen ml Wasser die Gefäßwandung innen ab, erhitzt nochmals, bis Schwefelsäuredämpfe sich entwickeln, läßt erkalten und verdünnt auf 100 ml. Dann entspricht 1 ml = 10 μg As(V).

x ml dieser Arsen(V)-Eichlösung (die $\frac{x}{10}$ ml Schwefelsäure [96 %] enthalten) werden in einem Meßkolben von 50 ml Inhalt abpipettiert. Es wird nun soviel Schwefelsäure (96 %) zugefügt, daß die Gesamtmenge 2 ml beträgt und mit Wasser wird auf ca. 25 ml verdünnt. Man kühlt ab, läßt dann aus einer Bürette 4,5 ml Ammoniaklösung (25 %) zufließen, kühlt nochmals ab, setzt 5 Tropfen Indikatorlösung zu . . . usw. (fährt fort wie weiter oben angegeben!).

Zusammenfassung

Es wird eine verbesserte Arbeitsvorschrift zur Bestimmung von Mikrogramm-Mengen Arsen beschrieben. Nach dem alkalischen Trocken-Aufschluß mit Magnesiumnitrat wird das Arsen wie bisher nach der Reduktion mit Diäthylammoniumdiäthylthiocarbamat im Scheidetrichter extrahiert, der organische Extrakt oxydativ zerstört und das As im einstufigen Verfahren in die blaue As-Mo-Komplexverbindung übergeführt. Die Farbstärke wird spektralphotometrisch beim Absorptionsmaximum 840 nm gemessen und der Asgehalt einer Eichkurve entnommen.

Résumé

Description d'un mode opératoire amélioré pour le dosage de quantités d'arsenic de l'ordre du microgramme. Après désagrégation de l'échantillon à sec avec du nitrate de magnésium l'arsenic est extrait de la façon usuelle — après réduction — par le diéthylammoniumdiéthylthiocarbamate dans un entonnoir à séparation. L'extrait organique est ensuite détruit par oxydation et l'arsenic transformé, en une étape, en complexe bleu d'As et de Mo. Puis on mesure au spectrophotomètre l'intensité de la coloration pour un maximum d'absorption situé à 840 mμ et en déduit la teneur en As en se référant à une courbe d'étalonnage.

Summary

Description of an improved method for the determination of micrograms of Arsenic. The sample is opened up in the dry state with magnesium nitrate; after reduction, As is extracted with diethylammoniumdiethylthiocarbamate, transformed — in one step — into the blue As — Mo — complex and spectrophotometrically determined.

Literatur

- 1 *Furrer H.*: diese Mitt. **52**, 286 (1961).
- 2 *Strafford N., Wyatt P. F. und Kershaw F. G.*: Analyst **70**, 232 (1945).
- 3 *Hahn F. L. und Luckhaus R.*: Z. analyt. Chem. **149**, 172 (1956).
- 4 *Methods of Analysis, AOAC* (1960), 548.
- 5 *Bode H. und Neumann F.*: Z. analyt. Chem. **169**, 411 (1959).

Über eine enzymatische Glycerinbestimmung in Traubensaft und Wein

Von *K. Mayer* und *Ingrid Busch*, Eidg. Versuchsanstalt Wädenswil

Im Zusammenhang mit Untersuchungen an Gärsubstraten interessierte uns eine einfache, für die routinemäßige Handhabung geeignete Glycerinbestimmung. Nachdem wir seit einiger Zeit zum quantitativen L-Äpfelsäurenachweis in Wein und Obstsäften mit gutem Erfolg eine enzymatische Methode¹ verwenden, lag uns daran, wenn möglich auch diese Verbindung mit einer ähnlich einfachen und spezifischen Methode zu erfassen.

Während rein chemische Glycerinbestimmungen in der Literatur recht häufig beschrieben sind — diese Methoden erfordern durchwegs einen großen Arbeitsaufwand und liefern gelegentlich eher unsichere Ergebnisse —, existieren über enzymatische Glycerinbestimmungen nur wenige Angaben. Dies vor allem deshalb, weil die für den enzymatischen Glycerinnachweis erforderlichen Enzyme bis vor kurzem noch nicht erhältlich waren. Erst seit einiger Zeit können die benötigten biolo-

Verwendete Abkürzungen:

- DPN: Diphosphopyridinnukleotid
DPNH: Diphosphopyridinnukleotid reduziert
ATP: Adenosintriphosphat
ADP: Adenosindiphosphat