

# Zur Isolierung von künstlichen Farbstoffen aus Lebensmitteln mit Hilfe von saurem (anionotropem) aktivem Aluminiumoxyd

Autor(en): **Illi, J.**

Objektyp: **Article**

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

Band (Jahr): **54 (1963)**

Heft 5

PDF erstellt am: **22.07.2024**

Persistenter Link: <https://doi.org/10.5169/seals-982740>

## **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 Isolierung von künstlichen Farbstoffen aus Lebensmitteln mit Hilfe von saurem (anionotropem) aktivem Aluminiumoxyd

Von J. Illi

(Mitteilung aus dem kantonalen Laboratorium Schaffhausen)

Die klassische Methode zur Isolierung von künstlichen Farbstoffen in Lebensmitteln ist das Ausfärben mit entfetteter Wolle in saurer Lösung und das nachfolgende Abziehen des Farbstoffes mit verdünntem Ammoniak. Für dieses Verfahren haben *Thaler* und *Sommer*<sup>1</sup> eine sehr ausführliche Anleitung gegeben. Für die sichere Unterscheidung zwischen natürlichen und künstlichen Färbungen dürfte die Ausfärbung mit Wolle ihren Wert beibehalten. Im Folgenden soll die Isolierung der künstlichen Farbstoffe mit Aluminiumoxyd besprochen werden.

Die Ausfärbung mit Wolle ist in einigen Fällen nicht ganz befriedigend. Diese Feststellung machte bereits *B. Koether*<sup>2</sup> und verwendete zur Isolierung der Farbstoffe saures (anionotropes), aktives Aluminiumoxyd «Woelm». Nach *B. Koether* lassen sich die auf Wolle aufgezogenen Farbstoffe nur zum Teil wieder mit Ammoniak ablösen, einige Farbstoffe werden durch die Ammoniak-Behandlung sogar irreversibel verändert, ferner fällt beim Neutralisieren der sauren Lösung etwas Eiweiß des Wollfadens aus und kann daher wieder ein Teil des Farbstoffes binden.

Bei unseren eigenen Versuchen hatten wir besonders bei der Isolierung von «Wollgrün S» in Pfefferminzlikör nach der Ausfärbemethode mit Wolle Schwierigkeiten. Das Wollgrün ließ sich nur teilweise mit Ammoniak von der Wolle abziehen und beim Konzentrieren der ammoniakalischen Lösung wurde der Farbstoff in den meisten Fällen nur noch in verschwindend kleiner Menge erhalten, so daß er papierchromatographisch meistens nicht mehr nachgewiesen werden konnte. Ebenso stößt die Isolierung kleiner Mengen von Indigocarmin nach der Ausfärbemethode mit Wolle manchmal auf Schwierigkeiten.

Aluminiumoxyd «Woelm»\* hat sich bei unseren Versuchen zur Isolierung der künstlichen Farbstoffe sehr gut bewährt. Es ist noch zu erwähnen, daß auch einige natürliche Farbstoffe von Aluminiumoxyd adsorbiert werden. In der Praxis bilden dieselben jedoch meist keine Störung bei der Identifikation der künstlichen Farbstoffe. In den meisten Fällen werden die natürlichen Farbstoffe schon durch die Waschflüssigkeit weitgehend entfernt (z. B. bei Wein, Traubensaft usw.), Spuren von natürlichen Farbstoffen stören bei der anschließenden papierchromatographischen Identifikation fast nie.

Bei der Isolierung der Farbstoffe mit Aluminiumoxyd gingen wir folgendermaßen vor: Von dem betreffenden Lebensmittel wird ein wässriger oder alkoholi-

---

\* Aluminiumoxyd «Woelm» sauer (anionotrop), Aktivitätsstufe I der Firma Woelm Eschwege, Vertretung für die Schweiz: Lafag S. A., 20, Rue Coulouvrenière, Genève.

scher Farbstoffauszug hergestellt, sofern die zu untersuchende Probe nicht schon in flüssiger Form vorliegt. Es ist vorteilhaft, wenn der Farbstoffauszug einen Alkoholgehalt von ca. 50 % aufweist. Der Auszug muß zur weiteren Aufarbeitung neutral oder sauer (bis pH 2–3) reagieren. Die gefärbte Lösung bzw. der Farbstoffauszug wird dann durch eine ca. 5 bis 10 cm hohe Schicht von saurem Aluminiumoxyd «Woelm», Aktivitätsstufe I (ca. 5 Gramm) welches sich in einem Chromatographierohr (oder einfachem Glasrohr mit unterer Verengung) befindet mit Hilfe von leichtem Vakuum filtriert und mit 70%igem Alkohol nachgewaschen um die Begleitstoffe (Zucker usw.) zu entfernen. Der adsorbierte Farbstoff wird mit 70%igem Alkohol, welcher durch Zusatz von Ammoniak leicht alkalisch gemacht wurde, eluiert. An der Färbung der einzelnen Zonen des Aluminiumoxydes können bereits Schlüsse auf bestimmte Farbstoffe gezogen werden. Je nach Farbstoffkonzentration kann das Eluat direkt oder durch Einengen auf 1 bis 2 ml für die papierchromatographische Identifikation verwendet werden.

Nach der beschriebenen Methode lassen sich folgende in der Eidg. Lebensmittelverordnung aufgeführten Farbstoffe isolieren:

1. Alle 12 erlaubten künstlichen Farbstoffe zur Färbung von Lebensmitteln (sowie Wollgrün S, Lichtgrün, Patentblau).
2. Von den für «äußerlichen» Gebrauch (Ostereier usw.) aufgeführten Farbstoffen die folgenden: Roccellin, Acilancrocein MOO, Orange I, Acilanechtgrün 10 G, Acilanbrillantblau FFR, Säureviolett 5 B und Zuckerblau RS.

### Arbeitsvorschrift

*Geräte:* Chromatographierohr (oder einfaches, unten verengtes Glasrohr) mit einer lichten Weite von ca. 10 mm und einer Länge von ca. 30 cm (vorzugsweise mit eingeschmolzener Glasfilterplatte G 2).

Filtrationseinrichtung (z. B. Saugflasche à 500 ml, in welcher sich ein Reagensglas zur Aufnahme des Eluates befindet).

*Reagenzien:*

Aluminiumoxyd «Woelm», sauer (anionotrop), Aktivitätsstufe I\*\*.

Aethanol 96 % und 70 %.

Ammoniak 10 %.

*Durchführung der Isolierung:*

Zuckerwaren werden in warmem Dest. Wasser aufgelöst und durch Alkohol-Zusatz auf ca. 50 % an Alkohol gebracht. Getränke können ohne Vorbereitung verwendet werden (wenn dickflüssig wird mit Dest. Wasser ca. 1 : 1 verdünnt).

*Beispiel für Pfefferminzlikör:*

10 ml Likör werden mit Dest. Wasser 1 : 1 verdünnt und durch eine ca. 5 bis 10 cm hohe Schicht (ca. 5 g) von saurem, aktivem Aluminiumoxyd, welches vor-

---

\*\* Es sind auch andere Sorten von saurem Aluminiumoxyd geeignet, z. B. Aluminiumoxyd «Fluka» Typ 504 C (sauer, Aktivitätsstufe I, pH 4,5 in 5%iger wässriger Suspension).

her mit ca. 5 ml Aethanol 70 % befeuchtet wurde, mit Hilfe von leichtem Vakuum filtriert. Die Begleitstoffe (Zucker usw.) werden durch portionenweises Nachwaschen mit ca. 20 ml Aethanol 70 % entfernt. Filtrat und Waschflüssigkeit werden verworfen. Die Farbstoffe werden nun mit ca. 10 ml Aethanol 70 % welchem 1 ml Ammoniak 10 % zugesetzt wurde, eluiert. Das Eluat kann direkt oder durch Einengen auf dem Wasserbad auf 1 bis 2 ml zur papierchromatographischen Identifikation verwendet werden. Das Einengen des alkoholischen Eluates geht gegenüber rein wäßrigen Lösungen sehr rasch.

### **Bemerkungen betreffend Selbstherstellung von saurem Aluminiumoxyd und Isolierung von fettlöslichen Farbstoffen**

Für die Farbstoff-Isolierung prüften wir noch kurz die Brauchbarkeit von Aluminiumoxyd standardisiert nach *Brockmann*. Dieses aktive Aluminiumoxyd ist besonders für die Adsorption fettlöslicher Farbstoffe geeignet. (Zu diesem Zwecke können jedoch auch andere Sorten von aktivem Aluminiumoxyd verwendet werden, vorzugsweise neutrale und basische).

Für die Adsorption der wasserlöslichen Farbstoffe kann das Aluminiumoxyd standardisiert nach *Brockmann* z. B. nach der Vorschrift von *W. Wetzel*<sup>3</sup> in die saure (anionotrope) Form übergeführt werden. Die Arbeitsweise für unsere Zwecke ist folgende: 5 bis 10 Gramm Aluminiumoxyd nach *Brockmann* werden im Becherglas mit 10 ml bzw. 20 ml Salzsäure 1-n übergossen und unter Rühren 5 Minuten belassen. Die Säure wird dann durch Filtration (Glasfiliertiegel) entfernt, ca. 2 mal mit 20 ml Dest. Wasser unter Aufschlännen gewaschen bis das Filtrat einen pH-Wert von ca. 3 zeigt. Das feuchte Aluminiumoxyd wird mit ca. 20 ml Aethanol 70 % in das Chromatographierohr gespült und ist jetzt für die Probelösung zur Farbstoff-Adsorption bereit.

Durch Behandeln von aktivem Aluminiumoxyd mit wäßrigen Lösungen nimmt die Aktivität rasch ab. Das saure Aluminiumoxyd muß aber zur Farbstoff-Adsorption nicht unbedingt hoch aktiv sein.

In unserem Laboratorium benutzen wir jedoch mit Vorteil die fertigen, käuflichen Sorten der verschiedenen Aluminiumoxyde.

Wir möchten noch auf eine nach Abschluß unserer Versuche erschienene Arbeit von *H. Stelzer*<sup>4</sup> aufmerksam machen. Es wird darin speziell die Untersuchung (unter Verwendung von Aluminiumoxyd) von sauren, wasserlöslichen Farbstoffen in Milchprodukten beschrieben.

### *Zusammenfassung*

Es wurde eine Methode beschrieben zur Isolierung von künstlichen Farbstoffen aus Lebensmitteln durch Adsorption an aktivem saurem (anionotropem) Aluminiumoxyd. Diese Methode zeigt gegenüber der Ausfärbung mit Wolle in einigen Fällen wesentliche Vorteile. Es lassen sich Farbstoffe isolieren, welche auf Wolle schlecht aufziehen oder sich leicht zersetzen. Die Farbstoffe sind von großer Reinheit, die Menge des Untersuchungsmaterials und der Zeitaufwand sind gering.

### Résumé

On décrit une méthode d'isolation de colorants artificiels dans des denrées alimentaires par adsorption sur de l'oxyde d'aluminium acide (anionotrope). Cette méthode présente dans certains cas de sérieux avantages. Des colorants ayant une mauvaise affinité pour la laine se laissent ainsi isoler; ils sont d'une grande pureté, et la quantité de substance mise en œuvre est faible et le temps nécessaire assez court.

### Summary

There is described a method of isolation of artificial dyes from coloured food by adsorption on acidic aluminium oxyde (anionotropic). This method presents important advantages: Dyes with poor affinity for wool can be isolated; the isolated dyes are very pure, and only a small sample of foodstuff and a short time are required for the examination.

### Literatur

- 1 *Thaler und Sommer*: ZUL **97**, 441 (1953).
- 2 *Koether B.*: Deutsche Lebensmittelrundschau **56**, 73 (1960).
- 3 *Wetzel W.*: ZUL **96**, 237/244 (1953) und *Wieland, Wirth Th. und L.*: Ber. dtsch. chem. Ges. **76**, 823 (1943).
- 4 *Stelzer H.*: Nutr. Bromatol. Toxicol. **1**, 31—35 (1962), referiert in ZUL **119**, 285 (1963).

## Eidgenössische Technische Hochschule Zürich

Die Eidg. Anstalt für Wasserversorgung, Abwasserreinigung und Gewässerschutz an der ETH (EAWAG), führt unter der Leitung von Herrn Prof. Dr. O. Jaag, vom 6. bis 11. April 1964 einen *Fortbildungskurs* über «Fortschritte auf dem Gebiete der biologischen Behandlung von Abwasser sowie Klärschlamm und anderen festen Abfallstoffen» durch. Die ersten drei Tage, vom 6. bis 8. April, sind Vorträgen von schweizerischen und ausländischen Fachleuten auf diesem Gebiet vorbehalten. Am 9. April findet eine Exkursion statt, welcher am 10. und 11. auf Wunsch bei genügender Beteiligung weitere Exkursionen angeschlossen werden können. Außerdem finden vom 9. bis 11. April, mit beschränkter Teilnehmerzahl, praktische Übungen in chemisch-physikalischen, bakteriologischen und limnologischen Wasseruntersuchungen statt.

Die Kursteilnehmer werden, soweit möglich vor Kursbeginn, sämtliche Manuskripte der Referate und Diskussionsbeiträge in deutscher Sprache, sowie Zusammenfassungen derselben in französischer Sprache erhalten.

Das detaillierte Kursprogramm mit allen zweckdienlichen Angaben ist erhältlich beim Sekretariat der EAWAG, Physikstraße 5, Zürich 7/44.

## Ecole Polytechnique Fédérale Zurich

L'Institut fédéral pour l'aménagement, l'épuration et la protection des eaux (EAWAG) de l'EPF organise, sous la direction du Prof. Dr O. Jaag, du 6 au 11 avril 1964, un *Cours de perfectionnement intitulé*: «Fortschritte auf dem Gebiete