

Beitrag zur Isolierung und Identifizierung von künstlichen Farbstoffen in Fischerzeugnissen

In einer früheren Arbeit (1) wurde mitgeteilt, daß besonders bei Kaviarerzeugnissen das Isolieren der Farbstoffe über die Wolle häufig nicht zu dem gewünschten Ziel führte. Wir ersetzten damals für diese Erzeugnisse mit gutem Erfolg die Wolle durch Filterpapier. Für die Seelachserzeugnisse blieb es zunächst bei der althergebrachten Wollfadenmethode.

Da das Beschaffen ungebeizter Schafwolle immer schwerer wurde und sich diese Wolle nur unvollständig reinigen läßt und daher Verunreinigungen auf das Chromatogramm bringt, wurde der Versuch unternommen, die Seelachsfarben ebenfalls auf Filterpapier 589¹ der Firma Schleicher & Schüll aufzuziehen. Gleichzeitig wurde versucht, ohne Zentrifuge auszukommen, da insbesondere im Betriebs-Laboratorium nicht immer eine Zentrifuge zur Verfügung steht. Es muß jedoch vermerkt werden, daß das Zentrifugieren einen großen Vorteil bringt. Als weitere Vereinfachung wurde das Erhitzen weggelassen.

Dieses vereinfachte Verfahren ist außer auf die grünen Farbtöne und die Pigmentfarbstoffe, die nicht überprüft wurden, auf alle Farbstoffe der Farbstoff-Verordnung Anlage 1 Liste A anwendbar.

Die Arbeitsvorschrift für das Isolieren und Identifizieren von künstlichen Farbstoffen in Seelachserzeugnissen lautet nun wie folgt:

50 g zerkleinerter Seelachs werden mit 100 ml 70%igem Methanol und 10 ml 5%igem Ammoniak versetzt und während 30-45 Minuten häufig geschwenkt. Danach wird die überstehende methanolische Farblösung durch drei übereinandergelegte Filter 589¹, 12 cm ϕ , Fa. Schleicher & Schüll, filtriert und wenn möglich anschließend zentrifugiert. Das Filtrat bzw. Zentrifugat wird 3 - 5 mal mit Petroläther ausgeschüttelt. Danach wird nochmals wie oben durch drei Filter filtriert. Das oberste Blatt wird evtl., wenn zuviel Eiweißniederschlag vorhanden ist, verworfen, die beiden anderen Filterblätter werden kurz unter dem Wasserhahn abgespült, um noch vorhandenes Eiweiß zu entfernen. Mit dem verbleibenden Farbauszug können, um eine kräftigere Endlösung zu bekommen, weitere Dreifachfilter übergossen und kurz abgespült werden. Sämtliche angefärbten Filterpapiere werden zerkleinert und in 100 ml - bei sehr viel Filterpapier evtl. 125 ml - 70%igem Methanol + 5 bis 5,3 ml 5%igem Ammoniak auf dem Wasserbad möglichst schnell herausgelöst und in einen Scheidetrichter hineinfltriert. Nach Abkühlen wird 3 mal mit Petroläther ausgeschüttelt. Die Farblösung wird in einer Abdampfschale aus Glas (ϕ 12 cm) auf dem Wasserbad bis auf etwa 1 ml eingedampft. Das Konzentrat wird mittels einer Kapillare nach und nach auf das Papier aufgetropft. Jeder Tropfen muß einzeln eintrocknen.

Apparat: Weckgläser mit einem Inhalt von etwa 2 l

Papier: Schleicher & Schüll Nr. 2043 b Mgl

Fließmittel: 2,0 g tertiäres Natriumcitrat in 100 ml 5%igem Ammoniak
gelöst

Flüssigkeitsmenge zur Raumsättigung: 25 ml

" " als Fließmittel : 25 ml

Sättigungszeit: mindestens 4-6 Stunden

Laufzeit: 2-3 Stunden.

Es empfiehlt sich, stets eine Lösung bekannter Vergleichsfarbstoffe mitlaufen zu lassen.

Es ist wichtig, daß die gesamte Bestimmung so rasch wie möglich durchgeführt wird. Eine zu lange Einwirkung des Methanols verändert nach unseren Erfahrungen oft die Farbe.

Der Einfachheit halber folgt die gegenüber der früheren Arbeit (1) unveränderte, aber von der vorstehenden Beschreibung etwas abweichende Arbeitsvorschrift für Kaviarerzeugnisse:

50 g (Mindestmenge 25 g) Kaviar werden mit 50 ml Methanol (70%ig), der einige Tropfen Speiseöl enthält, versetzt, während 20 Min. häufig verpührt und danach auf ein dreifaches Rundfilter (Schleicher & Schüll Nr. 589¹, 18,5 cm Ø) gegeben. Der Kaviar verbleibt etwa 1/2 Stunde auf den Filtern, bis diese den Farbstoff gut angenommen haben. Die Filter werden vom Kaviar befreit (Kaviar und Filtrat werden für eventuelle Fälle zunächst aufgehoben) und einzeln unter fließendem Wasser gut abgespült.

Die Farbe bleibt hierbei gut erhalten, denn das zugesetzte Öl bildet einen Fettfilm, der die Farbe schützt, das Auswaschen der störenden Substanzen aber ermöglicht. Die ausgewaschenen Filter werden in zerkleinerter Form in einem 200 ml-Erlenmeyer mit ca 50 ml Methanol (70%ig) versetzt und die Farbe auf dem Wasserbad möglichst schnell (5-10 Min.) herausgelöst. Die Lösung wird in einen sauberen Erlenmeyer abgegossen, mit 20-30 ml Wasser versetzt, in einen Scheidetrichter hineinflitriert und nach Abkühlung mindestens viermal mit Petroläther geschüttelt.

Weitere Verarbeitung siehe oben unter Seelachserzeugnisse. 2,0 g tertiäres Natriumcitrat haben sich in 100 ml 25 Vol %igem Methanol als Fließmittel allerdings in manchen Fällen besser bewährt als in 100 ml 5%igem Ammoniak.

Beim Nachweis von künstlichen Farbstoffen in tiefgefrorenen Seelachserzeugnissen, Lachspasten, Krabben-Erzeugnissen und Krebsuppen wird nach der Arbeitsvorschrift für Seelachserzeugnisse gearbeitet.

(1) Wünsche, G. und J. Burmester: Über den Nachweis von Farbstoffen in Fischerzeugnissen.

Informationen für die Fischwirtschaft 9, 156-157, 1962.

G. Wünsche und J. Burmester
Institut für Biochemie und Technologie
Hamburg