

Nachprüfung der Methode von Rosenmund und Kuhnhenz zur Jodzahlbestimmung mittelst Pyridinsulfatdibromid

Autor(en): **Müller, Wilhelm / Werder, J.**

Objektyp: **Article**

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

Band (Jahr): **16 (1925)**

Heft 1-2

PDF erstellt am: **30.06.2024**

Persistenter Link: <https://doi.org/10.5169/seals-984339>

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.

Après avoir remercié vivement l'assemblée et tout spécialement les conférenciers, le Président lève la séance à 13 h.

Au cours du banquet qui eut lieu à la brasserie *Senn*, le président adresse un cordial salut de bienvenue aux autorités, aux invités ainsi qu'aux membres de la société, tout en exprimant encore une fois au Dr. *Siegfried* sa profonde gratitude pour l'excellente organisation de la fête.

Le Dr. *Prantl*, au nom du gouvernement d'Argovie; le Dr. *Zimmerli* en qualité de délégué de la municipalité de Zofingue et le Dr. *Ringier* comme représentant de la société suisse pour l'industrie chimique, dans des discours pleins d'humour, adressent de fort aimables paroles à la société.

Le Dr. *Schumacher*, membre honoraire prend également la parole.

La fin de l'après-midi est consacrée à la visite de la fabrique de produits chimiques S. A. vorm. *Siegfried*, sous la conduite de son directeur.

Tous les participants à l'assemblée de Zofingue conserveront de cette réunion le meilleur souvenir.

Le Président: *Evéquoz*.

Le Secrétaire par intérim: *Burdel*.

Nachprüfung der Methode von Rosenmund und Kuhnemann zur Jodzählbestimmung mittelst Pyridinsulfatdibromid.

Von Dr. WILHELM MÜLLER.

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

Rosenmund und *Kuhnemann*¹⁾ haben vor einiger Zeit ein neues Verfahren zur Bestimmung der Jodzähl in Fetten und Oelen ausgearbeitet. Bei diesem dient eine Lösung von Pyridinsulfatdibromid ($C_6H_5N \cdot H_2SO_4 \cdot Br_2$) in Eisessig als Bromierungsmittel. Das Zurücktitrieren des nicht gebundenen Broms kann auf zweierlei Weise geschehen: entweder gibt man einen geringen Ueberschuss Jodkaliumlösung hinzu und titriert das freigemachte Jod mit Thiosulfat, oder man benützt nach *Winkler*²⁾ arsenige Säure zur Rücktitration des Bromüberschusses. *Rosenmund* und *Kuhnemann* haben ihre Methode mit der offiziellen *Hanus'schen*³⁾ verglichen und kommen zu folgendem Schluss:

Die *Pyridindibromidmethode* ist dem *Jodmonobromidverfahren* (*Hanus*) in Bezug auf Haltbarkeit der Lösungen und auf Genauigkeit gleich-

¹⁾ Z. U. N. G., 46, 154 (1923).

²⁾ Z. U. N. G., 43, 201 (1922).

³⁾ Schweiz. Lebensmittelbuch, 3. Aufl., 48 (1917).

wertig. Sie ist jedoch billiger als letzteres Verfahren, da sie mit einem geringeren Halogenüberschuss konstante Werte liefert. Bei Stoffen mit hoher Jodzahl verläuft die Reaktion schneller als nach *Hanus*.

Infolgedessen ziehen genannte Autoren ihre Methode der *Hanus*'schen vor und empfehlen sie zur Anwendung in der Oel- und Fettanalyse.

*Sido*⁴⁾ stellte vergleichende Untersuchungen an über die *Hübl*'sche Methode einerseits und die bromometrischen Verfahren nach *Winkler*²⁾ und nach *Rosenmund-Kuhnhen*¹⁾ andererseits. Auf Grund derselben schlägt er für die neue Ausgabe des «Deutschen Arzneibuches» an Stelle des bisher gebräuchlichen *Hübl*'schen das *Pyridindibromidverfahren* vor, weil dieses bei gleicher Genauigkeit viel rascher zum Ziele führe und an Billigkeit alle andern Jodzahlbestimmungsmethoden übertreffe.

Infolge dieses aner kennenden Urteils hielten wir eine Nachprüfung des Verfahrens *Rosenmund-Kuhnhen* auch unsererseits für geboten und wollen im Folgenden unsere damit gemachten Erfahrungen mitteilen.

Bei unsern Versuchen beschränkten wir uns auf diejenige Modifikation der Methode, bei welcher Thiosulfat zum Zurücktitrieren verwendet wird, und gingen nach *Rosenmund-Kuhnhen* folgendermassen vor:

«0,1—0,2 g Oel, von festen Fetten 0,6—0,8 g, werden in 10 cm³ Chloroform gelöst. Dazu fügt man 20—25 cm³ $\frac{N}{10}$ Pyridinsulfatdibromidlösung. Diese stellt man her, indem man 8 g Pyridin und 10 g konzentrierte Schwefelsäure zunächst gesondert unter Kühlung in je 20 cm³ Eisessig löst und diese Lösungen vorsichtig zusammengiesst. Zu dem Gemisch fügt man 8 g Brom in 20 cm³ Eisessig und ergänzt das Volumen mit Eisessig auf 1000 cm³. Diese Lösung ist dann nahezu $\frac{1}{10}$ normal. Sollte das Gemisch von Oel, Chloroform und Pyridinsulfatdibromidlösung nach dem Umschwenken nicht klar sein, so wird etwas Eisessig hinzugegeben. Nach 5 Minuten ist die Reaktion beendet. Man versetzt mit 6,5 cm³ Jodkaliumlösung (1:10), schüttelt gut durch und titriert unter dauerndem Umschwenken mit $\frac{N}{10}$ Thiosulfatlösung auf schwaches Gelb. Nach Zugabe von etwas Stärkelösung und 30—50 cm³ Wasser titriert man nun auf Farblos. Gegen Schluss der Titration ist der Kolben öfters zu schliessen und gut zu schütteln um das in der Fettemulsion verteilte Jod umzusetzen».

In den nämlichen Pflanzenölen bestimmten wir die Jodzahl auch nach *Hanus* und haben die betreffenden Werte, sowie die in der Literatur angegebenen, in der folgenden Tabelle zusammengestellt.

Vergleicht man die nach den beiden Methoden ermittelten Jodzahlen miteinander, so sieht man, dass das *Pyridindibromidverfahren* im allgemeinen höhere, mit den Angaben der Literatur, die übrigens stark divergieren, besser übereinstimmende Werte liefert als die *Jodmono-*

4) Pharmaz. Ztg., 68, 931 (1923).

bromidmethode. Die Proben Nr. 4, 5 und 7, die auch nach *Rosenmund-Kuhnhen*n etwas zu niedrige Jodzahlen geben, dürften vermutlich nicht ganz einwandfreie Produkte darstellen.

Tabelle.

Nr.	Oelsorte	Rosenmund-Kuhnhen	Hanus	Schweiz. Lebensmittelbuch	Benedikt-Ulzer ⁵⁾	Lewkowitsch ⁶⁾	Holde ⁷⁾
1	Olivenöl . . .	81,8, 82,5	82,8	79—88	78,5—93,7	86—90	79—85
2	» . . .	82,1, 82,3	82,3, 82,5	79—88	78,5—93,7	86—90	79—85
3	Sesamöl . . .	103,4, 103,5	98,5, 100,2	103—108	102,7—115,7	110,45	103—112
4	Erdnussöl . .	82,2, 82,5	82,1	83—100	87—103	96—103	86—98
5	» . . .	80,2, 81,6	80,2	83—100	87—103	96—103	86—98
6	Baumwollsaamenöl .	103,0, 103,1	93,6	108—110	102—111	111—115	102—111
7	Süßes Mandelöl	91,2	86,5	—	93—105,8	93—96,5	93—102
8	Ricinusöl . .	83,3	80,8	—	82—84,5	87—93	82—88

Trotz dieser befriedigenden Resultate geben wir aber der offiziellen *Hanus*'schen Methode doch den Vorzug und zwar hauptsächlich deshalb, weil nach unsern Befunden — entgegen der Behauptung *Rosenmund-Kuhnhen*n's — die Jodmonobromidlösung weit titerbeständiger ist wie die Pyridinsulfatdibromidlösung. Wie rasch deren Wirkungswert abnimmt, erhellt deutlich aus folgender kleinen Zusammenstellung:

Am 19. Juli 1924 wurde die Lösung frisch bereitet und war völlig klar; ihre Titerstellung ergab:

	25 cm ³ Pyridinsulfatdibromidlösung	=	22,15 cm ³ $\frac{n}{10}$ Thiosulfatlösung
21. VII: 25 »	»	=	14,2 » $\frac{n}{10}$ »
23. VII: 25 »	»	=	13,1 » $\frac{n}{10}$ »
25. VII: 25 »	»	=	12,4 » $\frac{n}{10}$ »

Die Lösung hatte beim Stehen Flocken ausgeschieden. Allerdings hatten wir dieselbe nicht mit Eisessig «Kahlbaum», sondern mit dem viel billigeren käuflichen 99—100%igen hergestellt, den aber *Manchot* und *Oberhauser*⁸⁾ als für diesen Zweck geeignet erklären.

Zudem ist die Herstellung dieser Lösung der beim Abwägen des Broms entweichenden Dämpfe wegen höchst unangenehm. Auch aus diesem Grunde ziehen wir die bisherige Methode (*Hanus*) derjenigen von *Rosenmund-Kuhnhen*n vor.

⁵⁾ Analyse der Fette und Wachsarten, Berlin, 1908.

⁶⁾ Chem. Technologie und Analyse der Oele, Fette und Wachse, Braunschweig, 1905.

⁷⁾ Untersuchung der Kohlenwasserstofföle und Fette sowie der ihnen verwandten Stoffe, Berlin, 1913.

⁸⁾ Z. U. N. G., 47, 261 (1924).