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

Herausgeber: Bundesamt für Gesundheit

Band: 16 (1925)

Heft: 6

Artikel: Zur refraktometrischen Bestimmung des Vanillins in Vanillinzucker

Autor: Arbenz, E. / Werder, J.

DOI: https://doi.org/10.5169/seals-984351

Nutzungsbedingungen

Die ETH-Bibliothek ist die Anbieterin der digitalisierten Zeitschriften auf E-Periodica. 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. Das Veröffentlichen von Bildern in Print- und Online-Publikationen sowie auf Social Media-Kanälen oder Webseiten ist nur mit vorheriger Genehmigung der Rechteinhaber erlaubt. Mehr erfahren

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. La reproduction d'images dans des publications imprimées ou en ligne ainsi que sur des canaux de médias sociaux ou des sites web n'est autorisée qu'avec l'accord préalable des détenteurs des droits. En savoir plus

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. Publishing images in print and online publications, as well as on social media channels or websites, is only permitted with the prior consent of the rights holders. Find out more

Download PDF: 11.07.2025

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

Meiner Meinung nach steht es gar nicht fest, dass die gewichtsanalytisch gefundenen Werte absolut sicher sind, da der Honig beim längeren Trocknen (auch bei niedriger Temperatur im Vakuum) sich leicht etwas zersetzen kann, und es differieren denn auch — wie gesagt — Doppelbestimmungen stark. Bei einem physikalischen Verfahren, wie es das *Behre*'sche *refraktometrische* darstellt, besteht diese Gefahr nicht, da hier eine während der kurzen Messungszeit unveränderliche Lösung zur Untersuchung gelangt. Der Hauptwert dieser Methode gegenüber der gravimetrischen besteht aber in der grossen Zeitersparnis. Deshalb ist sie speziell auch zu Vorprüfungen und Serienuntersuchungen geeignet, während man in Zweifelfällen die gewichtsanalytische mit heranziehen wird.

Zur refraktometrischen Bestimmung des Vanillins in Vanillinzucker.

Von Dr. E. ARBENZ.

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

Vor nicht ganz einem Jahrzehnt ist unter dem Namen Vanillinzukker im Handel ein Produkt erschienen, das aus einer Mischung von synthetischem Vanillin und mehr oder weniger fein gemahlenem Zucker bestand. Das neue Präparat fand damals bei der Knappheit an Vanille gute Aufnahme und hat sich auch seither erhalten, da es keine weitere Arbeit in der Küche erfordert und bereits abgemessen, den Süss-Speisen einfach zugesetzt werden kann.

Relativ neu wie das Produkt, sind auch die gesetzlichen Bestimmungen, die sich damit befassen. Die eidg. Verordnung betreffend den Verkehr mit Lebensmitteln und Gebrauchsgegenständen vom 8. Mai 1914 erwähnt den Vanillinzucker noch nicht. Erst der im Jahre 1922 erschienene Anhang zur dritten Auflage des Schweiz. Lebensmittelbuches befasst sich damit, indem darin die Definition, die Anforderung an den Vanillingehalt und die Bestimmung desselben festgelegt sind.

Der Vollständigkeit wegen müssen noch einige Produkte erwähnt werden, die seither auf dem Markte aufgetreten sind. Es betrifft dies den Vanillezucker, der aus zerkleinerter, getrockneter Vanillefrucht und Zukker besteht, ferner Mischungen aus Vanillinzucker und Vanillezucker. Eine weitere Kategorie bilden diejenigen Präparate, die neben Zucker Ersatzmittel für Vanillin enthalten. Alle diese Produkte sind in der, im Entwurf vorliegenden revidierten eidg. Verordnung betreffend den Verkehr von Lebensmitteln und Gebrauchsgegenständen, berücksichtigt.

Die Bestimmung des Vanillingehaltes.

Diese Bestimmung erfolgte bisher durch Extraktion mit Aether und Wägen des Destillationsrückstandes. Da wegen der Leichtflüchtigkeit des ausgezogenen Vanillins beim Trocknen leicht Fehlerquellen entstehen können, haben *Schellbach* und *Bodinus* [1]) und *Sprinkmeyer* und *Gruenert* [2]) Vorschläge über das Vorgehen beim Trocknen des Destillationsrückstandes mitgeteilt. [3]) *Hasse* [4]) bezeichnet diese gravimetrische Methode als «umständlich und wenig zusagend» und empfiehlt, das Vanillin auf refraktometrischem Wege zu ermitteln. Er benutzte dazu das Zeiss'sche Milchfettrefraktometer, in welchem er die Refraktion eines Tropfens des ätherischen Auszuges bestimmt. Aus der Differenz der Lichtbrechung des reinen Extraktionsmittels berechnet er den Gehalt der Lösung an Vanillin.

An Stelle des Milchfettrefraktometers empfiehlt *Utz* [5]) das Eintauchrefraktometer nach Zeiss und anstatt des leichtflüchtigen Aethers schlug er als Lösungsmittel Aceton oder Methylalkohol vor, um später dem Chloroform [6]) den Vorzug zu geben. Da die refraktometrischen Verfahren, vorausgesetzt, dass sie die gleiche Genauigkeit ergeben, rascher und weniger umständlich zum Ziele führen als die gravimetrischen, schien es angezeigt, die genannten Vorschläge einer Nachprüfung zu unterziehen.

Für meine Versuche benutzte ich selbsthergestellten Vanillinzukker und solchen, wie er im Handel erhältlich war. Dabei zeigte es sich, dass dieser zwar überall erhältlich ist, dass aber seine Herstellung sich auf einige wenige Firmen beschränkt.

Für die Versuche benutzte ich das von *Utz* empfohlene Eintauchrefraktometer nach Zeiss und zwar unter Verwendung des aufsteckbaren Bechers und Deckels, wodurch die zu untersuchende Flüssigkeit vor dem Verdunsten oder etwaigen Veränderungen durch den Einfluss der Luft, geschützt werden. Als Extraktionsflüssigkeit wählte ich Aceton, das gegenüber dem Chloroform den Vorteil besitzt, dass seine Lichtbrechung noch in den Messbereich desjenigen Instrumentes fällt, das mit Prisma I versehen ist. Es ist dasjenige Prisma, wie es zur Zeit allgemein für Milch, Bier etc. verwendet wird. Die Verwendung von Chloroform würde die Anschaffung eines weiteren Prismas (Prisma V) bedingen, dessen Preis sich nach der Preisliste von Zeiss (Mess 165 a, 1924) auf 102 Schweizerfranken beläuft. Eine solche Ausgabe würde sich aber speziell für kleinere Laboratorien nicht rechtfertigen, da refraktometrische Untersuchungen mit Chloroform als Lösungsmittel vorläufig noch zu den Ausnahmen gehören.

---

[1]) Z. U. N. G., 1918, **36**, 187 und 1920, **40**, 34.
[2]) Z. U. N. G., 1919, **38**, 153 und 1920, **39**, 145.
[3]) Ferner: *Pritzker* und *Jungkunz*, diese Zeitschr., 1924, **15**, 54.
[4]) Chem.-Ztg., 1922, **46**, 233.
[5]) Deutsche Parfumeriezeitg., 1922, Nr. 8.
[6]) Schweizer. Chemikerztg., 1924, Nr. 1—2.

Es ist mit *Utz* nicht zu bestreiten, dass Chloroform einem wasserhaltigen Aceton vorzuziehen ist, andererseits kann aber wasserfreies Aceton im Handel erhalten oder selbst rasch hergestellt werden. Diesbezügliche Störungen habe ich bei meinen Versuchen nicht wahrgenommen. Das Lösungsmittel kann auf einfache Weise wiedergewonnen werden.

In letzter Zeit wurde mir auch ein Vanillin-Ersatzprodukt zugänglich, der sogenannte Bourbonal-Zucker, den ich ebenfalls in die Untersuchung miteinbezog.

Bestimmungen.

	Refraktometrisch	Gravimetrisch
Vanillinzucker, selbst hergestellt mit 1 % Vanillin	1,04 %	0,95 %
» » » » 2 % »	2,08 %	2,03 %
» » » » 3 % »	3,02 %	2,91 %
Vanilinzucker I.	1,53 %	1,52 %
» II.	1,67 %	1,67 %
» III.	1,50 %	1,48 %
» IV.	2,86 %	2,82 %
Bourbonal-Zucker	0,83 %	0,86 %

Aus den Versuchen geht hervor, dass das Bourbonal das Ergebnis der refraktometrischen Bestimmung nicht beeinträchtigt, da es das gleiche Lichtbrechungsvermögen besitzt, wie das Vanillin. Ebenso verhält sich ein anderes Ersatzmittel, das Cumarin, wie dies *Hasse* in seiner bereits erwähnten Publikation mitgeteilt hat.

Ueber die Unterscheidung dieser zwei Vanillinersatzstoffe von Vanillin orientieren *Schellbach* und *Bodinus* [7]) über Bourbonal und *Geret* [8]) über Cumarin.

Für die Ausführung der refraktometrischen Bestimmung sind folgende Punkte zu beachten:

1. Da die Vanillinzucker oft schlecht gemischt sind, empfiehlt es sich, die Probe vorher im Mörser zu zerkleinern und zu mischen.

2. Das Eintauchrefraktometer wird langsam in den mit der Flüssigkeit (ca. 12 cm^3) gefüllten Becher eingesenkt, wobei die überschüssige Flüssigkeit ausfliesst und der Bajonettverschluss geschlossen werden kann.

3. Es empfiehlt sich, einige Ablesungen vorzunehmen, indem man das Instrument für die Zeit der Ablesung aus dem Trog nimmt und gegen eine gute Lichtquelle hält.

Ausführung der refraktometrischen Bestimmung.

3 g Vanillinzucker werden in einen Tropftrichter von etwa 100 cm^3 gebracht, mit der Pipette 20 cm^3 wasserfreies Aceton zugegeben und eine Minute geschüttelt. Man lässt absetzen und giesst ca. $^2/_3$ der Flüs-

[7]) Z. U. N. G., 1920, **40**, 34.

[8]) Diese Zeitschr., 1920, **11**, 69.

sigkeit durch ein Faltenfilter rasch in den mit Deckel versehenen Becher des Refraktometers und bringt den Becher an das Instrument, das in den bereits auf 17,5 ⁰ eingestellten Trog gehängt wird. Die Ablesung erfolgt nach 2—3 Minuten. In analoger Weise bestimmt man die Refraktion des Lösungsmittels.

Zur Berechnung dient die von *Utz* aufgestellte

Gehaltstabelle für Vanillin.

△ Skalenteile	% in Aceton	△ Skalenteile	% in Aceton	△ Skalenteile	% in Aceton	△ Skalenteile	% in Aceton
0,1	0,016	1,7	0,265	3,3	0,516	4,9	0,765
0,2	0,031	1,8	0,281	3,4	0,531	5,0	0,781
0,3	0,047	1,9	0,297	3,5	0,547	5,1	0,797
0,4	0,062	2,0	0,312	3,6	0,562	5,2	0,812
0,5	0,078	2,1	0,328	3,7	0,578	5,3	0,828
0,6	0,094	2,2	0,343	3,8	0,594	5,4	0,843
0,7	0,109	2,3	0,359	3,9	0,609	5,5	0,859
0,8	0,125	2,4	0,375	4,0	0,625	5,6	0,875
0,9	0,140	2,5	0,390	4,1	0,640	5,7	0,890
1,0	0,156	2,6	0,406	4,2	0,656	5,8	0,906
1,1	0,172	2,7	0,422	4,3	0,672	5,9	0,922
1,2	0,182	2,8	0,437	4,4	0,687	6,0	0,937
1,3	0,203	2,9	0,453	4,5	0,703	6,1	0,953
1,4	0,218	3,0	0,468	4,6	0,718	6,2	0,968
1,5	0,234	3,1	0,484	4,7	0,734	6,3	0,984
1,6	0,250	3,2	0,500	4,8	0,750	6,4	1,000

△ = Zunahme der Lichtbrechung gegenüber der Lichtbrechung des Lösungsmittels.
% = g Vanillin in 100 cm³ des Lösungsmittels.

Berichtigung.

Im letzten Heft Seite 231 ist noch nachzutragen:

Zug. Von 690 untersuchten Milchproben wurden 112 beanstandet und zwar 10 als gewässert, eine als teilweise entrahmt, 87 wegen Verunreinigung, 2 wegen ungenügender Haltbarkeit, 7 als fehlerhaft (fadenziehend), 2 wegen ungenügendem Gehalt und 3 als käsereiuntauglich. Der Wasserzusatz betrug 10 bis 91 Prozent, der Fettentzug 26 Prozent des ursprünglichen Fettgehaltes.