

Über eine Halbmikro-Schnellmethode zur Wasserbestimmung in Lebensmitteln und Drogen

Autor(en): **Pritzker, J. / Jungkunz, R.**

Objektyp: **Article**

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

Band (Jahr): **43 (1952)**

Heft 6

PDF erstellt am: **10.08.2024**

Persistenter Link: <https://doi.org/10.5169/seals-982664>

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.

Über eine Halbmikro-Schnellmethode zur Wasserbestimmung in Lebensmitteln und Drogen

Von J. Pritzker und R. Jungkunz, Bern und Basel

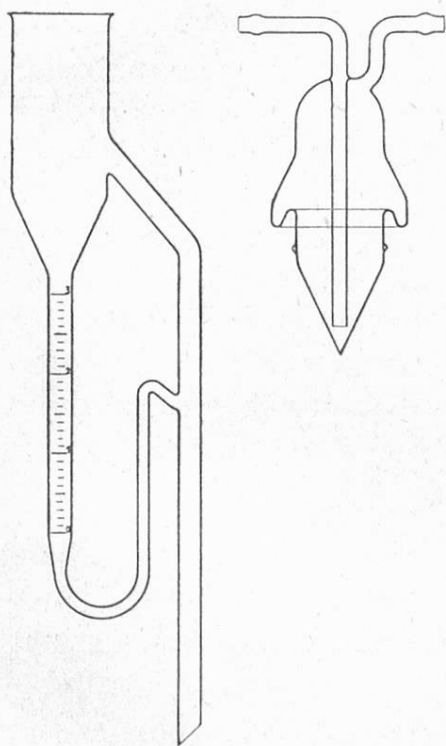
Die indirekte Methode, basierend auf der Trocknung des betr. Materials bei 105° C hat infolge der damit verbundenen Ungewissheiten in den letzten Jahren immer mehr dazu geführt, zur direkten Bestimmung des Wassers überzugehen.

Zu diesem Zwecke haben wir ¹⁾²⁾³⁾⁴⁾ seinerzeit einen Apparat empfohlen, welcher gestattet, innerhalb kürzester Frist das Wasser in den verschiedenartigsten Materialien zu bestimmen. Die zahlreichen Nachprüfungen ⁵⁾⁶⁾⁷⁾⁸⁾, welche damit auf allen möglichen Gebieten zur vollen Befriedigung der jewei-

ligen Analytiker durchgeführt worden sind, gaben uns Veranlassung, einen entsprechenden Apparat auch für ein evtl. Halbmikro-Verfahren auszuprobieren. Bereits im Jahre 1938 haben wir mit einem von der Firma Dr. Bender und Dr. Hobein für uns konstruierten verkleinerten Modell unseres ursprünglichen Apparates die ersten Versuche mit gutem Erfolge ausgeführt. Wie aus der nebenstehenden Zeichnung ersichtlich ist, fasst das Messrohr nur noch 3 cm³, und die Einteilung ist auf 1/20 cm³ verfeinert worden. Je nach dem Wassergehalt können Einwaagen von zirka 1 g angewendet werden. Als Übertreibmittel hat sich Perchloräthylen CCl₂ : CCl₂, dessen spez. Gewicht 1,629 und dessen Siedepunkt 119° beträgt, sehr gut bewährt. Bestimmung, Ablesung und Auswertung erfolgen gleich wie beim grossen Apparat.

Mit Ausnahme von sauren zuckerhaltigen Materialien kann die Wasserbestimmung in allen anderen Substanzen ohne weiteres durchgeführt werden. In Trauben- und Obstkonzentraten, Konfitüren, Tomaten und ähnlichen Produkten bedarf es eines kleinen Kunstgriffes. Wie *Berg* und *Schmeckel* ⁹⁾ seinerzeit festgestellt haben, tritt in den angegebenen Lebensmitteln durch längeres und stärkeres Erhitzen eine Zersetzung des Zuckers ein, wodurch messbare Mengen von Wasser abgespalten werden. *Berg* und *Schmeckel* schreiben dann wörtlich weiter:

«Soll also das Destillationsverfahren auf eine sichere Grundlage gestellt werden, so muss das Augenmerk darauf gerichtet sein, die Säurewirkung, wie sie in Marmeladen vorliegt, auszuschalten und dem Zucker einen gewissen Schutz gegen Caramelisierung zu geben. Wir glauben in dem Calciumcarbonat (Calcium carbonicum praecipitatum D.A.B. VI) einen Stoff gefunden zu haben, der diese



Bedingungen bis zu einem gewissen Grade erfüllt. Es tritt einerseits eine Neutralisierung der Säure ein und andererseits verhindert der Kalk augenscheinlich eine allzuweit gehende Caramelisierung, wenn das weitere Erfordernis, nämlich die Destillation vorsichtig durchzuführen, erfüllt ist.»

Und für die Bestimmung machen die genannten Verfasser folgende Angaben:

«Der Destillationskolben wird mit 10 g Calciumcarbonat beschickt, der durch Schütteln möglichst auf die Bodenfläche zu verteilen ist. Nach Feststellung der Tara werden nunmehr genau 20 g Marmelade *) in den Kolben gewogen, wobei durch Schütteln möglichst auf die Bodenfläche zu verteilen ist. Nach Feststellung der Tara werden nunmehr genau 20 g Marmelade in den Kolben gewogen, wobei darauf zu achten ist, dass die Marmelade nicht die Seitenwandungen des Kolbens berührt, sondern auf den Kalk fällt. Die genaue Ergänzung des Gewichtes erfolgt durch Abstreichen geringer Marmeladenmengen an den oberen Teil des Kolbens, unterhalb des Schliffes. Nunmehr werden etwa 10—15 cm³ Perchloraethylen zugegeben. Man schüttelt vorsichtig, bis eine annähernd gleichförmige oder doch feinklumpige Masse entstanden ist, und fügt daraufhin erst den Rest, der im ganzen notwendigen 60 cm³ Tetrachloräthan hinzu. Hierdurch wird erreicht, dass die Marmelade nicht fest am Boden haften bleibt, sondern auf dem Tetrachloräthan schwimmt. Die an den Seitenwandungen befindlichen Marmeladenreste stören nicht, da sie bei dem Destillieren abgespült werden. Als Unterlage beim Erhitzen benutzen wir ein Drahtnetz mit darüber gelegter Asbestplatte, die einen Ausschnitt im Umfange des Kolbenbodens besitzt. Im übrigen wird die Beschickung und Handhabung des Apparates sowie die Art des Ablesens als bekannt vorausgesetzt.»

In zahlreichen Konfitüren haben *Hadorn*, *Jungkunz* und *Biefer*¹⁰⁾ diese Arbeitsweise nachgeprüft und mit einer indirekten Berechnung (Wasser = 100 — (wässriges Extrakt + unlösliche Stoffe) verglichen. Nach ihren Befunden ergibt die obige Modifikation befriedigende Ergebnisse.

Zum restlosen, einwandfreien Gelingen der Bestimmungen ist es notwendig, den Aufsatz von Zeit zu Zeit mit Chrom-Schwefelsäure zu reinigen. Der Apparat wird von der Firma Dr. Bender und Dr. Hobein, Zürich-München- vertrieben.

Zusammenfassung

1. Es wird ein Apparat beschrieben, welcher infolge seiner kleinen Dimensionierung und feinen Kalibrierung es gestattet, geringe Wassergehalte bei beliebiger Einwaage in Lebensmitteln und Drogen zu bestimmen.
2. Die Bestimmung erfolgt als Halbmikro-Schnellmethode und beruht auf dem Destillationsverfahren mit dem Übertreibmittel Perchloraethylen.

*) Für kleinere Einwaagen, wie sie beim Halbmikroapparat üblich sind, reduziert sich selbstverständlich auch die Zugabe des CaCO₃.

Résumé

1. Les auteurs décrivent un appareil qui, du fait de ses faibles dimensions et de son calibrage fin, permet de déterminer de faibles teneurs en eau dans les denrées alimentaires et les drogues, ceci pour n'importe quelle pesée initiale.
2. Cette détermination est une semi-micro-méthode rapide qui repose sur le procédé par distillation et entraînement au perchloréthylène.

Literatur

- 1) J. Pritzker und R. Jungkunz: Chemiker-Zeitung Cöthen, **53**, 603 (1929).
- 2) J. Pritzker und R. Jungkunz: Z.U.L., **57**, 520 (1929).
- 3) J. Pritzker und R. Jungkunz: diese Zeitschrift, **20**, 65 (1929).
- 4) J. Pritzker und R. Jungkunz: Pharm. Acta Helv., **5**, 1 (1930).
- 5) Kommentar zur Pharm. Helv. V. Seite 76.
- 6) G. Hindemith: Süddeutsche Molkerei-Zeitung, **27**, 1 (1931).
- 7) P. Casparis und E. W. Meyer: Pharm. Acta Helv., **10**, 163 (1935).
- 8) J. Thomann und A. Kälin: Pharm. Acta Helv., **13**, 23 (1930).
- 9) P. Berg und S. Schmeckel: Z.U.L., **62**, 577 (1931).
- 10) H. Hadorn, R. Jungkunz und K. Bießer: diese Zeitschrift, **41**, 341 (1950).

La détermination des colorants dans les rouges à lèvres, fards, cérats et brillantines par chromatographie sur disques d'alumine

Par J. Deshusses et P. Desbaumes
(Laboratoire cantonal de chimie, Genève)

Isoler les colorants d'un cosmétique gras était récemment encore une opération comportant de sérieuses difficultés en raison de la composition complexe de la masse dans laquelle ces colorants sont engagés.

Les méthodes chromatographiques permettent aujourd'hui de surmonter aisément ces difficultés.

La simplicité du mode opératoire proposé par Mottier et Potterat dans leur mémoire sur la recherche des colorants liposolubles par chromatographie sur disques d'alumine¹⁾ et les résultats fort intéressants obtenus par ces deux chimistes nous ont engagés à étudier cette méthode pour isoler les colorants des rouges à lèvres et d'autres cosmétiques gras.

Le problème de la séparation et de l'identification des colorants entrant dans la composition des cosmétiques paraît très simple à première vue puisque seuls les colorants autorisés pour les denrées alimentaires et ceux dont la composition chimique a été communiquée au Service fédéral de l'hygiène publique peuvent être utilisés pour colorer les cosmétiques vendus en Suisse. La réalité est tout autre.