

# Über einen Perforationsapparat für Extraktionen mit spez. leichten oder spez. schweren Lösungsmitteln

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): **44 (1953)**

Heft 3

PDF erstellt am: **12.07.2024**

Persistenter Link: <https://doi.org/10.5169/seals-982846>

## **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.

# MITTEILUNGEN

AUS DEM GEBIETE DER

## LEBENSMITTELUNTERSUCHUNG UND HYGIENE

VERÖFFENTLICHT VOM EIDG. GESUNDHEITSAMT IN BERN

Offizielles Organ der Schweizerischen Gesellschaft für analytische und angewandte Chemie

## TRAVAUX DE CHIMIE ALIMENTAIRE ET D'HYGIÈNE

PUBLIÉS PAR LE SERVICE FÉDÉRAL DE L'HYGIÈNE PUBLIQUE À BERNE

Organe officiel de la Société suisse de chimie analytique et appliquée

---

### ABONNEMENT:

Schweiz Fr. 17.— per Jahrgang (Ausland Fr. 22.—)      Preis einzelner Hefte Fr. 3.— (Ausland Fr. 4.—)  
Suisse fr. 17.— par année (étranger fr. 22.—)      Prix des fascicules fr. 3.— (étranger fr. 4.—)

---

BAND - VOL. 44

1953

HEFT - FASC. 3

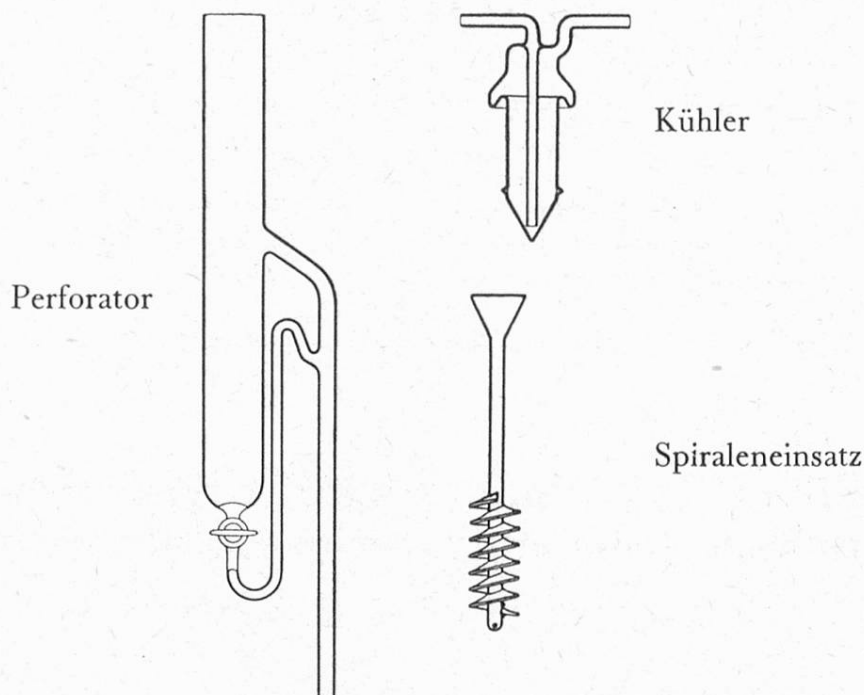
---

### Über einen Perforationsapparat für Extraktionen mit spez. leichten oder spez. schweren Lösungsmitteln

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

Um aus wässerigen Extrakten irgendwelche Bestandteile wie Koffein, Theobromin usw. oder aromatische Konservierungsmittel wie Salicylsäure, Benzoesäure u.a. nachzuweisen, kann man die wässerigen Lösungen einfach im Scheidetrichter mit den betreffenden Lösungsmitteln ausschütteln. Schwieriger gestaltet sich diese Arbeit, wenn quantitative Bestimmungen aus sehr verdünnten Lösungen vorgenommen werden müssen. Versagen kann die Scheidetrichtermethode, wenn die auszuschüttelnde Flüssigkeit Emulsionen bildet. In diesem Falle wird man am besten zu einem praktischen Perforator seine Zuflucht nehmen, und zwar wird man diejenige Apparatur vorziehen, welche gestattet, bald mit spez. leichten, bald mit spez. schweren Extraktionsmitteln zu arbeiten. Vor ca. 20 Jahren hat *Grossfeld*<sup>1)</sup> einen Perforierapparat beschrieben, welchen er an Stelle des von der Heide'schen<sup>2)</sup>, der im Handel nicht mehr erhältlich war, für Chloroformextraktionen empfiehlt. Anlässlich unserer ziemlich ausgedehnten Arbeiten über die Untersuchung und Beurteilung des Schwarztees sahen wir uns<sup>3)</sup> für die Bestimmung des Koffeins in wässerigen Tee-Auszügen vor die Notwendigkeit gestellt, einen eigenen Apparat zu konstruieren, dies um so mehr, als ausländische Apparaturen zur damaligen Zeit nicht mehr erhältlich waren. Wir gingen s. Zt.

vom Gedanken aus, bei einer Neukonstruktion beide Möglichkeiten der Extraktion, d.h. sowohl mit spez. leichten, als auch mit spez. schweren Lösungsmitteln, ins Auge zu fassen. Es gelang uns dann auch dieses Vorhaben in die Tat umzusetzen und eine sehr einfache Konstruktion herauszubringen. Über diesen neuen Perforationsapparat haben wir <sup>4)</sup> seinerzeit berichtet. In der Folgezeit hat dieser Perforationsapparat in vielfachen Anwendungen bei uns <sup>5)6)7)8)9)</sup> und auch in anderen Laboratorien seine Feuerprobe bestanden. Da immer wieder Anfragen über seine Anwendung und die Bezugsquelle an uns gelangen, möge in aller Kürze darüber berichtet sein.



Wie aus der obenstehenden Skizze ersichtlich ist, besteht der eigentliche Perforator selbst aus einem Stück und kann mit einem Schliffkölbchen und einem Einhängenkühler zur endgültigen Apparatur ergänzt werden. Für die Ätherperforation kommt noch ein besonderer Einsatz dazu. Je nach der Stellung des Zweiweghahns kann die Perforation bald mit Äther, bald mit Chloroform vorgenommen werden. Die Grösse des Apparates ist so bemessen, dass bequem 100 cm<sup>3</sup> Flüssigkeit extrahiert werden können.

Das Arbeiten mit dem Apparat gestaltet sich beispielsweise folgendermassen:

*a) für die Ätherperforation*

Zunächst wird der Hahn quergestellt, d.h. der Durchfluss nach unten ist unterbunden. Dann setzt man den Einsatz mit den Windungen ein. Hierauf wird die zu perforierende Flüssigkeit (ca. 100 cm<sup>3</sup>) eingefüllt, das Schliffkölbchen mit ca. 50 cm<sup>3</sup> Äther angebracht und so lange langsam Äther in den Perforator

gegeben, bis er durch den oberen Ablauf in das Kölbchen zu fließen beginnt. Nach Einsetzen des Kühlers kann mit der Perforation begonnen werden, und zwar heizt man am zweckmässigsten mit einer kleinen elektrischen Heizplatte. 100 mg Salicylsäure können so innerhalb von 3 Stunden aus ca. 100 cm<sup>3</sup> Flüssigkeit quantitativ perforiert werden.

#### *b) für die Chloroformperforation*

Hierzu wird der Einsatz nicht benötigt. Der Hahn des Perforators wird so gestellt, dass der Durchfluss nach unten offen ist. Dann wird das Schliffkölbchen angebracht und in den Perforator soviel Chloroform eingegossen, bis es durch den Hahn in das Schliffkölbchen abzufließen beginnt. Sodann wird die zu perforierende Flüssigkeit langsam auf die Chloroformschicht gegeben, wobei je nach dem Flüssigkeitsvolumen ein gewisser Teil des Chloroforms abfließt, um dann oberhalb des Hahns zum Stillstand zu kommen. Nach dem Einsetzen des Kühlers kann die Perforation beginnen, wobei zweckmässig von einem Sandbad aus auf freier Flamme erhitzt wird. 100 mg Benzoesäure können auf diese Weise nach 2 Stunden aus ca. 100 cm<sup>3</sup> Flüssigkeit quantitativ perforiert werden.

Der beschriebene Perforationsapparat mit Schliffkölbchen, Einhängenkühler und Einsatz kann von der Firma Dr. Bender und Dr. Hobein, Zürich und München, bezogen werden.

#### *Zusammenfassung*

1. Zur Perforation wässriger Flüssigkeiten, Extrakte usw. wird eine einfache Apparatur beschrieben, welche es erlaubt, sowohl mit spez. schweren, als auch mit spez. leichten Extraktionsmitteln zu arbeiten.
2. Die Dimensionierung des Apparates ist so bemessen, dass bis zu 100 cm<sup>3</sup> Flüssigkeit perforiert werden können.

#### *Résumé*

1. On décrit un appareil simple qui permet de perforer des liquides aqueux, des extraits, etc., aussi bien avec des dissolvants de poids spécifique faible qu'avec des dissolvants de poids spécifique élevé.
2. Les dimensions de l'appareil sont telles qu'il est possible de perforer des quantités de liquides allant jusqu'à 100 cm<sup>3</sup>.

#### *Summary*

1. A simple apparatus for the extraction of aqueous solutions, extracts, etc. with solvents of low as well as of high specific gravity is described.
2. Up to 100 ml of solution may be extracted in this apparatus.

## Literatur

- 1) J. Grossfeld, Z.U.L. **63**, 555 (1932).
- 2) J. König, Chemie der menschlichen Nahrungs- und Genussmittel 3. I. 468.
- 3) J. Pritzker und R. Jungkunz, diese Mitt. **30**, 256 (1939).
- 4) J. Pritzker und R. Jungkunz, Pharm. Acta Helv. **11/12**, 225 (1939).
- 5) J. Pritzker und R. Jungkunz, Pharm. Acta Helv. **11/12**, 153 (1941); **4/5**, 109 (1942); **11**, 259 (1942); **18**, 651 (1943); **19**, 47 (1944); **19**, 76 (1944); **19**, 106 (1944); **19**, 152 (1944); **19**, 225 (1944); **19**, 436 (1944).
- 6) J. Pritzker und R. Jungkunz, diese Mitt. **34**, 185 (1943).
- 7) J. Pritzker und R. Jungkunz, diese Mitt. **34**, 192 (1943).
- 8) H. Hadorn, diese Mitt. **42**, 226 (1951).
- 9) H. Hadorn und R. Jungkunz, diese Mitt. **41**, 155 (1952).

# Die Bestimmung der Milchsäure in biologischem Material

Von J. Kleinert

(aus Dissertationsarbeit ETH, Zürich)

## Allgemeines

Die meistgebräuchlichen Methoden zur Bestimmung der Milchsäure in biologischem Material basierten während vieler Jahre auf dem Prinzip der Oxydation zu Acetaldehyd und Destillation desselben in Bisulfitlösung. Das freie Bisulfit wurde dann jodometrisch bestimmt. Für Milch wurde diese Methode von Troy und Sharp<sup>1)</sup> erfolgreich angewandt, sie ist jedoch lang und umständlich. Hostettler<sup>2)</sup> hat sie für Käse eingeführt und damit gute Resultate erhalten. Später entwickelte Hilling<sup>3)</sup> eine Methode, bei welcher die Milchsäure mit Äther aus dem proteinfreien Filtrat extrahiert wird. Gleichzeitig erreichte er damit die Elimination anderer störender Substanzen. Durch Zusetzen von Ferri-chloridlösung entwickelte sich eine Farbe, die mit einer Standardfarbe verglichen wird. Die Association of Official Agricultural Chemists<sup>4)</sup> hat diese Methode für die USA als offiziell erklärt. Eine für Milchsäurebestimmungen in Blut entwickelte Methode von Mendel und Goldschneider<sup>5)</sup> wurde durch Heinemann und Meanwhile<sup>6)</sup> modifiziert, um sie auch für Milch und Milchprodukte anwenden zu können. Mittelst Schwefelsäure wird die Milchsäure in einem eiweiss- und lactosefreien Filtrat zu Acetaldehyd oxydiert, welcher mit Veratrol eine Farbreaktion bildet. Durch Vergleich mit einer Standardfarblösung lässt sich der Milchsäuregehalt daraus bestimmen. Sie geben auf Milch bezogen eine Sicherheit von  $\pm 4$  mg<sup>0</sup>/<sub>0</sub> an, weisen aber zugleich auf die grossen Schwierigkeiten hin, welche sich einer reproduzierbaren Farbentwicklung entgegenstellen. Diesen