Zeitschrift: Mitteilungen aus dem Gebiete der Lebensmitteluntersuchung und

Hygiene = Travaux de chimie alimentaire et d'hygiène

Herausgeber: Bundesamt für Gesundheit

**Band:** 16 (1925)

**Heft:** 1-2

Artikel: Nachprüfung der Methode von Rosenmund und Kuhnhenn zur

Jodzahlbestimmung mittelst Pyridinsulfatdibromid

Autor: Müller, Wilhelm / Werder, J.

**DOI:** https://doi.org/10.5169/seals-984339

## 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:** 14.12.2025

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

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 Kuhnhenn zur Jodzahlbestimmung mittelst Pyridinsulfatdibromid.

Von Dr. WILHELM MÜLLER.

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

Rosenmund und Kuhnhenn<sup>1</sup>) haben vor einiger Zeit ein neues Verfahren zur Bestimmung der Jodzahl in Fetten und Oelen ausgearbeitet. Bei diesem dient eine Lösung von Pyridinsulfatdibromid (C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>N-H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>-Br<sub>2</sub>) 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 frei gemachte Jod mit Thiosulfat, oder man benützt nach Winkler<sup>2</sup>) arsenige Säure zur Rücktitration des Bromüberschusses. Rosenmund und Kuhnhenn haben ihre Methode mit der offiziellen Hanus'schen<sup>3</sup>) verglichen und kommen zu folgendem Schluss:

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

<sup>1)</sup> Z. U. N. G., 46, 154 (1923).

<sup>&</sup>lt;sup>2</sup>) Z. U. N. G., 43, 201 (1922).

<sup>3)</sup> 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<sup>4</sup>) stellte vergleichende Untersuchungen an über die Hübl'sche Methode einerseits und die bromometrischen Verfahren nach Winkler<sup>2</sup>) und nach Rosenmund-Kuhnhenn<sup>1</sup>) andrerseits. 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 anerkennenden Urteils hielten wir eine Nachprüfung des Verfahrens Rosenmund-Kuhnhenn 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-Kuhnhenn 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 cm<sup>3</sup> n Pyridinsulfatdibromidlösung. Diese stellt man her, indem man 8 g Pyridin und 10 g konzentrierte Schwefelsäure zunächst gesondert unter Kühlung in je 20 cm<sup>3</sup> 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 cm<sup>3</sup>. Diese Lösung ist dann nahezu <sup>1</sup>/<sub>10</sub> 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 cm<sup>3</sup> Jodkaliumlösung (1:10), schüttelt gut durch und titriert unter dauerndem Umschwenken mit n Thiosulfatlösung auf schwaches Gelb. Nach Zugabe von etwas Stärkelösung und 30-50 cm<sup>3</sup> 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*-

<sup>1</sup> h Pharmaz. Ztg., 68, 931 (1923).

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

Tabelle.

Nr.	Oelsorte	Rosenmund- Kuhnhenn	Hanus	Schweiz. Lebens- mittelbuch	Benedikt- Ulzer <sup>5</sup> )	Lewkowitsch*)	Holde <sup>7</sup> )
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	Baumwollsamenöl .	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
							4 5

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-Kuhnhenn'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:

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*<sup>8</sup>) 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-Kuhnhenn vor.

<sup>&</sup>lt;sup>5</sup>) Analyse der Fette und Wachsarten, Berlin, 1908.

<sup>6)</sup> Chem. Technologie und Analyse der Oele, Fette und Wachse, Braunschweig, 1905.

<sup>7)</sup> Untersuchung der Kohlenwasserstofföle und Fette sowie der ihnen verwandten Stoffe, Berlin, 1913.

<sup>&</sup>lt;sup>8</sup>) Z. U. N. G., 47, 261 (1924).