Zeitschrift: Mitteilungen aus dem Gebiete der Lebensmitteluntersuchung und

Hygiene = Travaux de chimie alimentaire et d'hygiène

Herausgeber: Bundesamt für Gesundheit

Band: 28 (1937)

Heft: 3

Artikel: Bestimmung von Extraktionsmittelresten in koffeinfreiem Kaffee

Autor: Waser, E. / Janett, S.

DOI: https://doi.org/10.5169/seals-982889

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: 12.12.2025

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

MITTEILUNGEN

AUS DEM GEBIETE DER

LEBENSMITTELUNTERSUCHUNG UND HYGIENE

VERÖFFENTLICHT VOM EIDG. GESUNDHEITSAMT IN BERN

TRAVAUX DE CHIMIE ALIMENTAIRE ET D'HYGIÈNE

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

ABONNEMENT:

Schweiz Fr. 10.—; für Mitglieder des Schweiz. Vereins analytischer Chemiker Fr. 5.— per Jahrgang Suisse fr. 10.—; pour les membres de la Société suisse des Chimistes analystes fr. 5.— par année Preis einzelner Hefte Fr. 1. 80. — Prix des fascicules fr. 1. 80.

BAND XXVIII

1937

HEFT 3

Bestimmung von Extraktionsmittelresten in koffeinfreiem Kaffee.

Von E. WASER und S. JANETT, Zürich.

Verschiedene Verfahren zur Herstellung von koffeinfreiem Kaffee bestehen bekanntlich darin, dass die rohen Kaffeebohnen nach dem Aufweichen durch gespannten Wasserdampf während längerer Zeit mit organischen Lösungsmitteln extrahiert werden. Als solche Lösungsmittel kommen in Frage Aether, Benzol, Chloroform, Dichloräthylen und andere gechlorte Kohlenwasserstoffe. Wenn der Koffeingehalt des Rohkaffees auf oder unter die für koffeinfreien Kaffee meist gesetzlich vorgeschriebene Grenze gesunken ist, wird das Lösungsmittel durch erneute Behandlung mit gespanntem Wasserdampf und eventuell durch Evakuieren entfernt. Damit die Entkoffeinisierung bis auf den relativ sehr niedrigen Grenzwert innert nützlicher Frist fortschreitet, ist es nötig, dass auch die innersten Zellen der Kaffeebohne vom Lösungsmittel erreicht werden, und es erklärt sich daraus, dass die nachherige Entfernung auch der letzten Lösungsmittelreste aus den Bohnen eine Operation ist, welche grosse Sorgfalt erheischt. Man könnte zwar annehmen, dass kleine, den Kaffeebohnen anhaftende Reste von Extraktionsmitteln bei dem nachfolgenden Röstprozess restlos verschwinden, und das ist sicherlich für die an der Oberfläche der Bohnen befindlichen Teile der Fall. Der Röstprozess ist aber, wie unsere Erfahrungen zeigen, nicht imstande, die bei ungenügender Ausdämpfung und Evakuierung im Innern der Bohne zurückgebliebenen Lösungsmittelanteile zu entfernen, und so finden sich im Handel hin und wieder Partien von koffeinfreiem Kaffee, welche sich durch relativ sehr hohe Gehalte an Lösungsmitteln sehr unliebsam von den normalen Sorten von koffeinfreiem Kaffee abheben.

Es erscheint mir nicht überflüssig, an dieser Stelle, wie dies andere Autoren¹) auch schon getan haben, auf die grosse und oft heimtückische Giftigkeit dieser organischen Extraktionsmittel und insbesondere der gechlorten Kohlenwasserstoffe hinzuweisen. Wenn schon in den Artikeln 465 bis 467, 479, 481 und 482 der Eidg. Lebensmittelverordnung vom 26. Mai 1936 auf die Gesundheitsschädlichkeit dieser Lösungsmittel hingewiesen wird und sie für bestimmte Zwecke verboten sind oder doch mindestens vor dem Einatmen der Dämpfe gewarnt wird, so ist es erst recht am Platze, wenn solche Solventien, und sei es auch nur in Spuren, in Lebensmitteln nicht geduldet werden, mit denen sie genossen werden müssen. Art. 294, Abs. 4 der zit. Verordnung enthält denn auch die neue Vorschrift, dass koffeinfreier Kaffee keine Reste von Extraktionsmitteln enthalten darf.

Bis jetzt war es ausserordentlich schwer, im koffeinfreien Kaffee Reste von Lösungsmitteln nachzuweisen, und noch viel schwerer, wenn nicht fast unmöglich, sie in genügender Menge zu isolieren und namentlich ihre Natur zu erkennen. Ich erspare es mir, auf die vielfachen Versuche einzugehen, die von uns und anderen Autoren in dieser Richtung angestellt wurden und erwähne bloss die Methode von $E.\ Kohn-Abrest^2$), nach welcher allerdings die einmal isolierten Lösungsmittel zum Zwecke der quantitativen Halogenbzw. Kohlendioxydbestimmung beim Durchleiten durch ein rotglühendes Rohr zerstört werden, sodass sie also nicht in Substanz gefasst werden können.

Die Methode von J. Ornfelt gestattet, in kürzester Zeit zu erkennen, ob noch nennenswerte Lösungsmittelreste in koffeinfreiem Kaffee enthalten sind. Sie erlaubt ferner, diese Lösungsmittel zu isolieren und zu charakterisieren. Im folgenden beschreiben wir die Durchführung dieser Methode zur Bestimmung von Lösungsmitteln mit spezifischem Gewicht grösser als 1.

A. Beschreibung der Methode.

1 kg des zu untersuchenden, feingemahlenen, gerösteten Kaffees wird sofort nach dem Mahlen in einen 5-Liter-Jenaer-Kolben eingefüllt und mit 2,5 L destilliertem oder gewöhnlichem Wasser durch starkes Umschütteln innig vermischt. Es ist vorteilhaft, das Wasser leicht vorzuwärmen, doch darf es nicht zu heiss sein, weil sonst eventuelle Verluste an Extraktionsmitte! eintreten können.

Der Jenaer Kolben A besitzt oben einen Normal-Schliff, auf den so-

¹) Ich zitiere bloss einige der äusserst verdienstvollen Arbeiten von H. Zangger, wie z. B. Archiv für Gewerbeapothologie und Gewerbehygiene, Bd. 1, S. 77 (1930); Bd. 2, S. 205 (1931); Schweiz. medizinische Wochenschrift, Bd. 61, S. 742 (1931); ferner die Dissertation von M. Süsstrunk über «Die akute Intoxikation durch trans- und cis-Dichloräthylen und Aethylenoxyd», Zürich, Universität, 1931. Im übrigen verweise ich auf die Handbücher der Toxikologie usw.

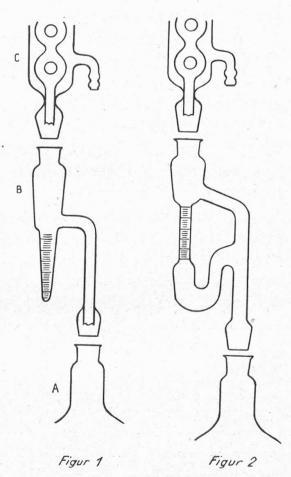
Von Interesse ist ferner eine Arbeit von *E. Kohn-Abrest*, La recherche des poisons volatils, Revue générale des Sciences pures et appliquées, Bd. 46, S. 14 (1935).

²⁾ s. Kohn-Abrest, loc. cit.

fort nach vollzogener Füllung das Zwischenstück B und der Kugelringkühler C aufgesetzt werden (s. Fig. 1*). Der Kolben wird nun vorteilhaft im Babo-Trichter, eventuell einfach über einem Drahtnetz mit einer starken Teclubrennerflamme bis zum Sieden der Flüssigkeit erhitzt. Das im Kaffee enthaltene Lösungsmittel wird durch die Wasserdämpfe mitgeführt und

sammelt sich nach der Kondensation im Kühler in dem graduierten Messrohr. Es ist sehr darauf zu achten, dass während des Erhitzens der Kühler mit möglichst kaltem Wasser, eventuell mit Kältesole beschickt wird, um keine Verluste zu erleiden. Die Bestimmung kann abgebrochen werden, wenn sich kein weiteres. Lösungsmittel mehr im graduierten Messrohr sammelt, was gewöhnlich nach 2 bis 3 Stunden der Fall ist. Zeigen sich in der ersten halben Stunde keine Lösungsmitteltropfen im Messrohr, so gelingt es auch durch länger dauerndes Erhitzen in der Regel nicht, eventuell vorhandenes Lösungsmittel auf diese Art nachzuweisen.

Die Identifizierung des aus Kaffee herausdestillierten Lösungsmittels geschieht durch Abtrennung desselben in einem kleinen Scheidetrichter, Trocknen über geschmolzenem Chlorcalcium und Destillation. Durch Ermittlung des Siedepunktes, der Dichte und eventuell des Halogen-Gehaltes lässt sich das Lösungsmittel leicht charakterisieren.



Für den Nachweis und die Bestimmung von Lösungsmitteln, deren spezifisches Gewicht kleiner als dasjenige von Wasser ist, haben wir das in Figur 2 dargestellte Zwischenstück konstruiert, dessen Wirkungsweise leicht ersichtlich ist.

Es wurden eine Reihe von Blindversuchen darüber angestellt, ob gemessene Mengen von chloriertem Kohlenwasserstoff, welche zu lösungsmittelfreiem Kaffee bzw. zu Wasser oder zu gesättigter Kochsalzlösung zugesetzt wurden, quantitativ wieder zu finden sind. Bei den Versuchen mit Wasser oder Salzlösungen ergab es sich, dass ein gewisser Prozentsatz, der je nach der Natur des Lösungsmittels verschieden hoch ist, nicht mehr zu finden ist.

^{*)} Die Apparatur kann von jedem geschickten Glasbläser hergestellt werden.

B. Versuche mit Wasser und mit Salzlösungen.

- 1. Dichloräthylen. C₂H₂Cl₂ (Technisches Präparat, Siegfried).
- a) Im «Ornfelt»-Apparat wurden 2 L Wasser mit 1,0 cm³ Dichloräthylen zum Sieden erhitzt. Im Messrohr wurde kein Dichloräthylen abgeschieden. Nach teilweisem Abkühlen wurde noch 1 cm³ desselben Lösungsmittels zugesetzt. Beim Sieden wurde auch jetzt noch kein Dichloräthylen im Messrohr gefunnden.
- b) 2 L Wasser und 3,0 cm³ Dichloräthylen ergaben nach dem Kochen im Messrohr 0,9 cm³ Dichloräthylen.
- c) 2 L Wasser und 4,0 cm³ Dichloräthylen ergaben nach dem Kochen im Messrohr 1,9 cm³ Dichloräthylen.

Am Schlusse jedes Versuches zeigte das im Kolben befindliche Wasser nach dem Erkalten deutlich den süsslichen Geruch des Lösungsmittels. Es liess sich auch mit der Methode von $Jujiwara^3$), auf die am Schluss der Mitteilung noch eingegangen wird, deutlich nachweisen.

Der Ausfall dieser Versuche lässt die Vermutung zu, dass 1 L siedendes Wasser ungefähr 1 cm³ Dichloräthylen zu lösen vermag. Es wurde deswegen versucht, die Löslichkeit des gechlorten Kohlenwasserstoffes durch Zufügen von Kochsalz bis zur ungefähren Sättigung des Wassers herabzudrücken. Die Kochsalzlösung wurde durch Auflösen von 1200 g denaturiertem Kochsalz in 4 L gewöhnlichem Wasser hergestellt und durch Filtration von unlöslichen Anteilen befreit. Die Temperatur der siedenden Lösung betrug 104,5 °C.

d) 3 L Kochsalzlösung und 1,0 cm³ Dichloräthylen wurden im Ornfelt-Apparat langsam zum schwachen Sieden erhitzt. Die ersten Tropfen des Lösungsmittels sammelten sich schon vor Siedebeginn im Messrohr; die Menge stieg nach einer halben Stunde auf 0,5 cm³ und vermehrte sich auch nach mehrstündigem Sieden nicht mehr weiter. Die Jujiwara'sche Reaktion trat mit der im Rundkolben befindlichen Kochsalzlösung nur sehr unsicher ein (schmutzigbraune Verfärbung). Es kann dies einesteils darauf zurückgeführt werden, dass Dichloräthylen diese Reaktion überhaupt nicht besonders schön zeigt; wahrscheinlicher ist, dass sich ein Teil des zugesetzten gechlorten Kohlenwasserstoffs (ca. 0,5 cm³) zersetzt und damit dem Nachweis entzogen hat.

Versuch	Eingefüllt im Kolben Wasser Dichloräthylen		Wiedergefunden im Messrohr Dichloräthylen	
	cm ³	cm ³	cm ³	0/0
	2000	1,0	0	0
a	2000	2,0	0	0
b	2000	3,0	0,9	30
c	3000	4,0	1,9	47,5
d	3000*)	1,0	0,5	50

³⁾ Chemisches Zentralblatt 1935, I, 3961.

2. Trichloräthylen. C₂HCl₃ (Siegfried).

Auch beim Trichloräthylen gestalten sich die Verhältnisse aus Gründen, die wir bisher nicht aufklären konnten, sehr unübersichtlich. In der folgenden Tabelle sind einige unserer Versuche zusammengestellt, die dartun, dass die Methode Ornfelt nur 40—70% des im Wasser vorhandenen Trichloräthylens wiederzufinden gestattet.

Versuch	Eingefüllt im Kolben Wasser Trichloräthylen		Wiedergefunden im Messrohr		
			Trichlo	Trichloräthylen	
	cm ³	cm ³	cm ³	0/0	
a	4000	0,50	0,20	40	
b	4000	1,0	0,70	70	
c	1000	1,0	0,50	50	
d	1000	1,0	0,60	60	
е	2000	1,0	0,40	40	
f	2000	2,0	1,30	65	

3 L Kochsalzlösung + 1,0 cm³ Trichloräthylen wurde langsam zum schwachen Sieden erhitzt; schon vor Beginn sammelten sich einzelne Tropfen des Lösungsmittels im Messrohr; diese Menge stieg aber auch bei langem Kochen nicht über 0,5 cm³ (= 50%) an. Die Kochsalzlösung gab nach dem Erkalten nur eine sehr schwache Reaktion nach Jujiwara.

Bei einem weiteren Versuch mit 3 L Kochsalzlösung + 2,0 cm³ Trichloräthylen wurden 1,5 cm³ wiedergefunden. Der absolute Verlust an Lösungsmittel blieb sich demnach gleich (0,5 cm³) und es muss daher angenommen werden, dass sich diese Menge Trichloräthylen in 3 L siedender Kochsalzlösung löst oder während der Kochdauer zum Teil zerstört wird.

3. Chloroform. CHCl3.

Die mit Chloroform und einigen weiteren chlorierten Kohlenwasserstoffen durchgeführten Versuche ergaben, wie die folgenden Zusammenstellungen zeigen, ebenfalls unsichere Resultate:

	Eingefüllt im Kolben		Wiedergefunden im Messrohr Chloroform	
Versuch	Wasser Chloroform			
	cm ³	cm ³	cm ³	0/0
a	1000	3,0	0,75	25
b	4000	10,0	8,9	89
c	4000	2,0	0,9	45
d	1000	2,0	0,20	10

4. Tetrachlorkohlenstoff. CCl₄.

Versuch	Eingefüllt im Kolben		Wiede	Wiedergefunden im Messrohr	
	Wasser Chloroform		Chloroform		form
	cm ³	cm ³	С	m ³	0/0
a	2000	2,0	1	,2	60

5. 1,2-Dichloräthan. C₂H₄Cl₂ (Siegfried).

	Eingefüllt im Kolben Wasser Dichloräthan		Wiedergefunden im Messrohr Diehloräthan	
Versuch				
	cm ³	cm ³	cm ³	0/0
a	1000	2,0	1,20	60
b	400	2,0	1,60	80
c	2000	2,0	1,30	65
d	3000*)	2,0	1,40	70

6. Tetrachloräthylen. C₂Cl₄. Siedepunkt 119°.

		illt im Kolben	Wiedergefunder	
Versuch	Wasser	Tetrachloräthylen	Tetrachlor	räthylen
	cm ³	cm ³	cm ³	0/0
a	2000	2,0	1,9	95
b	4000	1,0	0,9	90
c	2000	2,0	1,8	90

7. Tetrachloracetylen. C₂H₂Cl₄. Siedepunkt 135°.

Versuch	Eingefüllt im Kolben Wasser Tetrachloracetylen		Wiedergefunden im Messrohr Tetrachloracetylen	
	cm ³	cm ³	cm ³	0/0
a	4000	5,0	4,7	94
b	2000	0,5	0,4	80
c	2000	1,0	0,7	70

Versuche, die von befreundeter Seite angestellt wurden, ergaben unter ähnlichen Bedingungen etwas gleichmässigere Verluste an Lösungsmittel. Sie wurden so angestellt, dass in den Apparat von Ornfelt zuerst 2 L etwa 50—60° warmes Wasser, dann 2 cm³ des zu untersuchenden Lösungsmittels und hierauf noch 500 cm³ Wasser eingefüllt wurden. Hierauf wurde vollends zum Sieden erhitzt und das Erhitzen so lange fortgesetzt, bis die im Zwischenstück sich abscheidende Menge des Lösungsmittels nicht mehr zunahm. Der Kürze halber sind in der folgenden Tabelle die Mittelwerte mehrerer Versuche angegeben:

0 0		
Zugesetztes Lösungsmittel	Siedepunkt	von 2 cm³ zurück- gewonnene Menge
1. Dichlormethan	42°	0.1 cm^3
2. Dichloräthylen	55°	0,1 »
3. Chloroform	61°	0,75 »
4. Tetrachlorkohlenstoff	77°	1,4 »
5. Aethylenchlorid	84°	1,7 »
6. Trichloräthylen	87°	1,7 »
7. Tetrachloräthylen .	121°	2,0 »
8. Tetrachloräthan	146°	2,0 »

Bei den Lösungsmitteln Nr. 7 und Nr. 8 wurde sogar etwas mehr als die zugesetzten 2 cm³ wiedergefunden, doch ist dies durch Aufnahme von Wasser durch das Lösungsmittel leicht erklärlich.

C. Versuche mit Kaffeeaufgüssen.

In ähnlicher Weise wie die letzten Versuche wurden noch weitere in der Weise angesetzt, dass in den grossen Rundkolben des Ornfelt-Apparates zuerst 2 L 50—60° warmes Wasser und dann 1 kg feingemahlener, gerösteter Kaffee eingefüllt und sehr gut miteinander vermischt wurden, sodass sich das Kaffeepulver allseitig in der Mischung verteilte. Dann wurden je 2 cm³ des zu untersuchenden Lösungsmittels eingefüllt und mit weiteren 500 cm³ Wasser nachgespült. Das Ganze wurde zum intensiven Sieden gebracht. Hiebei muss man sehr auf der Hut sein, damit das Gemenge nicht überschäumt. Diese Erscheinung ist auf eine lebhafte Kohlensäure-Entwicklung aus dem Kaffeepulver zurückzuführen und durch kräftiges Umschütteln zurückzudämmen.

Die Mittelwerte mehrerer Versuche sind in folgender Tabelle enthalten:

Zugesetztes Lösungsmittel	Siedepunkt	von 2 cm³ zurück- gewonnene Menge
1. Dichlormethan	420	0.6 cm^3
2. Dichloräthylen	55°	0,9 »
3. Chloroform	61°	1,8 »
4. Tetrachlorkohlenstoff .	77 °	1,6 »
5. Aethylenchlorid	84 °	2,0 »
6. Trichloräthylen	87°	2,0 »
7. Tetrachloräthylen	121 °	2,0 »
8. Tetrachloracetylen	146 °	2,0 »

Aus den mitgeteilten Werten ist zu ersehen, dass in diesem Falle eine ziemlich weitgehende Abhängigkeit zwischen Siedepunkt und Menge des wiedergefundenen Lösungsmittels besteht. Je tiefer der Siedepunkt, um so kleiner ist die nach dem Ornfelt-Verfahren zurückgewonnene Menge des künstlich zugesetzten Lösungsmittels.

D. Ergebnisse.

Aus den angeführten Versuchen geht hervor, dass sich die geschilderte Methode ausgezeichnet zum qualitativen Nachweis von Lösungsmittelresten in entkoffeinisiertem Kaffee gebrauchen lässt. Die quantitative Erfassung der Reste von Lösungsmitteln schwerer als Wasser ist dagegen an gewisse Voraussetzungen geknüpft. In erster Linie ist der Siedepunkt des zur Entkoffeinisierung verwendeten Lösungsmittels massgebend, denn nur bei Lösungsmitteln, welche über 80° sieden, kann man erwarten, dem Kaffee künstlich zugesetztes Lösungsmittel vollständig wiederzufinden. Da aber von einzelnen Firmen auch tiefer siedende Lösungsmittel verwendet werden, deren Natur dem Analytiker nicht ohne weiteres bekannt ist, so müssen die

von der Methode gelieferten Gehaltszahlen als Minimalwerte aufgefasst werden. In zweiter Linie geht aus den Versuchen hervor, dass wahrscheinlich alle gechlorten Kohlenwasserstoffe, welche zur Extraktion von Kaffee in Frage kommen, beim Kochen mit Wasser, mit Salzlösungen oder mit Kaffee-Aufgüssen mehr oder weniger starke Zersetzungen erleiden, die natürlich von ihrer chemischen Natur abhängen. Es scheint, dass infolge solcher Zersetzungsvorgänge, die auch beim Extraktionsprozess auftreten, der Chlorgehalt des Kaffees eine sehr wesentliche Steigerung erfährt. Auf jetlen Fall sind aber die durch die geschilderte Methode erhaltenen Gehaltszahlen auch aus diesem Grunde nur als Minimalzahlen aufzufassen, und ein negativer Befund darf noch nicht als Beweis dafür gelten, dass der zur Untersuchung stehende Kaffee auch wirklich lösungsmittelfrei ist.

E. Anhang.

In einigen der vorstehend beschriebenen Versuche haben wir versucht, auch die von $Br\ddot{u}ning$ und $Schnetka^3$) beschriebene Methode von Jujiwara unsern Zwecken dienstbar zu machen. Einige weitere Versuche mit dieser Nachweismethode verdienen allgemeineres Interesse. Br \ddot{u} ning und Schnetka haben diese Methode dazu ben \ddot{u} tzt, um Trichlor \ddot{a} thylen in Leichenteilen nachzuweisen und zu bestimmen. «Zu 2 cm 3 der zu untersuchenden Lösung wird 1 cm 3 Pyridin gegeben, gemischt und mit 2 cm 3 50% iger Natronlauge unterschichtet. Das Reagensglas wird dann in ein auf 70° erwärmtes Wasserbad getaucht und eine Minute darin gesch \ddot{u} ttelt. Der bei Anwesenheit von Trichlor \ddot{a} thylen gebildete rotviolette Farbstoff wird von dem Pyridin aufgenommen und kann eventuell kolorimetrisch bestimmt werden. 1 1000 mg (1 μ 1) Trichlor \ddot{a} thylen gaben noch eine deutliche Reaktion.»

Die Reaktion ist nicht charakteristisch für Trichloräthylen, sondern nach unseren Feststellungen für die meisten gechlorten Kohlenwasserstoffe. Wir erhielten positiven Ausfall mit Dichloräthylen, Tetrachloracetylen, Tetrachloräthan, Chloroform, Tetrachlorkohlenstoff, Monochlorbenzol, Chloralhydrat. Es ist zu bemerken, dass Dichloräthylen die Reaktion nicht besonders schön zeigt.

Bromierte Kohlenwasserstoffe geben zum Teil abweichende Reaktion: Trimethylenbromid: Zitronengelbe, dann in Gelbbraun übergehende Färbung. Butylbromid: Zuerst schwache, dann immer intensiver werdende, fuchsin-

rote Färbung.

Allylbromid: Zitronengelbe, in Gelbbraun umschlagende Färbung.

Bromcyclohexan: Sehr schwache Gelbfärbung, nach langem Verweilen bei 70—80° schwache Rosafärbung, nicht charakteristisch.

Auch die jodierten Kohlenwasserstoffe verhalten sich wenig charakteristisch. Methyljodid gibt erst nach langem Erwärmen auf 70—80° eine Rotfärbung.

Die Reaktion ist sehr wenig empfindlich.

Propyljodid gibt keine Färbung.