

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

Herausgeber: Bundesamt für Gesundheit

Band: 35 (1944)

Heft: 6

Artikel: Zum Nachweis bromhaltiger Konservierungsmittel

Autor: Fellenberg, Th. von / Högl, O.

DOI: <https://doi.org/10.5169/seals-983561>

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: 28.01.2026

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

ZUM NACHWEIS BROMHALTIGER KONSERVIERUNGSMITTEL

Von Dr. Th. von Fellenberg

(Aus dem Laboratorium des Eidg. Gesundheitsamtes, Vorstand: Prof. Dr. O. Högl)

In den letzten Jahren sind ab und zu bromhaltige Konservierungsmittel in den Handel gekommen, denen teilweise eine bedeutende konservierende Wirkung zugeschrieben wird. *Reith*¹⁾ erwähnt Bromverbindungen wie



die alle ätherlöslich sind und aus Konfitüre und dergleichen nach Sättigung mit Kochsalz ausgeäthert werden können. Er verascht den Rückstand der Ätherlösung vorsichtig unter Zusatz von CaO, löst die Asche in HCl und bestimmt das Brom jodometrisch.

Uns lag kürzlich ein bromhaltiges Konservierungsmittel vor, dessen Zusammensetzung einstweilen nicht bekannt gegeben werden kann und welches bereits in Mengen von 3—10 mg pro Liter die Gärung von Süssmost unterdrücken soll. Das Präparat ist in Wasser ausserordentlich schwer löslich, mit Alkohol und Äther aber in jedem Verhältnis mischbar. Es lässt sich somit wie die erwähnten Präparate sehr leicht mit Äther ausziehen.

Da bromhaltige Konservierungsmittel bei uns verboten sind, ist es nicht notwendig, quantitative Bestimmungen vorzunehmen, hingegen dürfte der Lebensmittelkontrolle mti einer möglichst einfachen qualitativen Prüfungsmethode gedient sein.

Da sehr empfindliche Nachweismethoden für Brom bereits existieren, genügte es, sich an Bekanntes zu halten. Es wurde die Fluoresceinmethode des Lebensmittelbuches, also die Überführung von Fluorescein in Eosin, Tetrabrom-fluorescein, ins Auge gefasst. Mit dieser Methode lassen sich nach dem Lebensmittelbuch noch 5 mg Brom in 100 kg Mehl, also 2,5 γ Brom in den 50 g Mehl, die als Ausgangsmaterial vorgeschrieben sind, mit Sicherheit nachweisen.

Unser Konservierungsmittel enthält 35 % Brom. Wenn 3 mg zum Liter zugesetzt werden, macht das 1,05 mg Brom auf diese Menge. Nehmen wir 20 cm³ Süßmost in Arbeit, so enthalten sie 21 γ Brom, eine Menge, die sich noch sehr schön nachweisen lassen muss, selbst wenn die Extraktion nicht quantitativ verlaufen sollte.

Die Methode des Lebensmittelbuches befriedigte mich nun nicht in allen Teilen. Es wird dort eine Reinigung des Fluoresceins durch zweimaliges Umkristallisieren aus 80%igem Alkohol vorgeschrieben. Das Umkristallisieren ist nicht angenehm, weil der Löslichkeitsunterschied zwischen heissem und kaltem Alkohol nicht genügend gross ist. Ich zog eine Reinigung vor, welche von *Schultz*²⁾ angegeben wird und auf der Löslichkeit des in Lauge gelösten und mit Säure gefällten, hydratisierten Fluoresceins in Äther beruht. Ein Umkristallisieren aus Äther-Alkohol, wie es *Schultz* angibt, ist für unsere Zwecke unnötig, es genügt, die Ätherlösung einzudampfen und den Rückstand zu verwenden.

Nach dem Lebensmittelbuch wird das Reagenspapier durch Eintauchen in eine gesättigte Lösung des Fluoresceins in 35%iger Essigsäure bereitet. Ich halte eine 10fach verdünntere Lösung für angenehmer, weil die rötliche Färbung des Eosins besser zu sehen ist, wenn nicht allzuviel des gelben Fluoresceins zugegen ist. Bei den kleinsten Mengen empfiehlt sich ferner ein Umfärben auf Wolle, wodurch eine weitere Konzentration der Färbung möglich ist. Da auch Wolle sich durch Fluorescein gelb färbt, ist auch für diese Umfärbung ein schwächer imprägniertes Papier vorzuziehen.

Eine weitere Modifikation besteht darin, dass die Reaktion in einem Reagensglas in der Hitze gemacht wird, statt in einem Erlenmeyerkolben in der Kälte. Das Brom wird dann sofort ausgetrieben, und die Reaktion lässt sich in ungefähr einer Minute beenden. Auch hier färbt sich nur die untere Partie des Reagenspapiers, ein Zeichen, dass keine wesentlichen Brommengen entweichen. Das feuchte Reagenspapier wirkt offenbar als Kühler, auf welchem sich die Bromdämpfe niederschlagen.

Es ist nun allerdings zuzugeben, dass die Reaktion in der Kälte bei genügend langer Einwirkungsdauer eher etwas stärker und auch gleichmässiger wird als in der Hitze. Wo es sich also um allerkleinste Mengen, um nur einige Gamma handelt und eine quantitative Abschätzung durch Vergleichslösungen erwünscht ist, darf dem Versuch in der Kälte der Vorzug gegeben werden. Wo es sich aber um eine rasche Orientierung handelt und von vornehmerein im positiven Fall nicht mit kleinsten Spuren, sondern eben mit wirksamen Mengen gerechnet werden muss, bietet das heisse Verfahren den Vorzug des raschen Arbeitens.

Über die Empfindlichkeit der Reaktion wurden einige Versuche mit Bromidlösungen ausgeführt. Die äusserste Grenze der Erkennbarkeit in der Hitze war 1 γ, und zwar färbte sich das Papier bei diesem Gehalt nicht mehr, wohl aber der Wollfaden. Mit 2,5 γ war auch die Färbung des schwach imprägnierten Papiers noch eben sichtbar, diejenige des stark imprägnierten jedoch erst mit etwa 5 γ.

Als Ausgangsmaterial zum Nachweis unseres Konservierungsmittels in Süßmost genügen bei einem Zusatz von 3 mg des Präparates pro 1 20 cm³, entsprechend 21 γ Brom, selbstverständlich reichlich. Man kann bereits mit 2 cm³ eine Spur einer Rotfärbung feststellen, wenn in der Hitze und eine deutliche Rötung des untern Randes des Papiers, wenn in der Kälte gearbeitet wird. Mit 5 cm³ sind die Reaktionen unverkennbar.

Da ich die Methode auch auf andere Materialien als Süßmost anwendete, machte ich die Beobachtung, dass gelegentlich eine Störung auftritt, und zwar speziell mit chloridhaltigen Stoffen. Es kann dann vorkommen, dass das Fluoresceinpapier trotz Anwesenheit von Brom nicht rötlich gefärbt ist. Das war beispielsweise bei Untersuchung einer Sole der Fall, wo der Chloridgehalt den Bromidgehalt unendlich übertrifft. Hier geht man am besten so vor, dass man das den Chlor- und Bromdämpfen ausgesetzte Reagenspapier in einem Reagensglas mit Wasser auskocht, wobei das adsorbierte Chlor entweicht. Dann gibt man einen Wollfaden hinzu und erhitzt wieder kurze Zeit, wobei sich der Faden bei Anwesenheit von Brom rosa färbt.

Im folgenden gebe ich die Methodik des Bromnachweises, wie ich sie anwende, wieder.

Methodik des Bromnachweises in Süßmost

Reagentien: Fluoresceinpapier. Rohes Fluorescein wird in verdünnter Natronlauge gelöst, mit verdünnter Schwefelsäure gefällt und mehrmals mit kleinen Mengen Äther ausgeschüttelt, wobei eine schwer lösliche Verbindung als Zwischenschicht zurückbleibt. Man destilliert den Äther ab, setzt zum Rückstand 35%ige Essigsäure und lässt unter gelegentlichem Umschwenken bis am nächsten Tag stehen, wobei ein Teil des Fluoresceins ungelöst bleiben muss. Von dieser gesättigten Stammlösung stellt man sich durch Verdünnen mit 35%iger Essigsäure auf das 10fache eine Gebrauchslösung her. Durch Eintauchen von Filterpapierstreifen von 7 mm Breite und 40 mm Länge unmittelbar vor dem Gebrauch erhält man das erforderliche Reagenspapier.

Ferner sind erforderlich 0,1n-alkoholische oder methylalkoholische Kalilauge, Äther, 95%iger Alkohol, 5%ige Kaliumpermanganatlösung und konz. Schwefelsäure.

20 cm³ Süßmost werden mit 10 cm³ Äther und 1 cm³ 95%igem Alkohol in einem Scheidetrichterchen geschüttelt. Falls sich die Schichten nicht rasch trennen, wird die Mischung zentrifugiert, sorgfältig wieder in den Scheidetrichter gegossen und die wässrige Flüssigkeit abgelassen. Der Äther wird 2mal mit je 1 cm³ Wasser gewaschen und in einem Reagensglas portionenweise vorsichtig abgekocht, wobei man gegen Schluss 0,3 cm³ alkoholische Kalilauge zusetzt. Der Rückstand wird mit 0,5—1 cm³ Alkohol versetzt und zur Verseifung mit aufgesetztem Birnenkübler oder am Steigrohr 10 Minuten zum Sieden erhitzt. Man giesst nun die alkoholische Lösung in eine kleine Platinschale, spült das Reagensglas mit etwas Wasser nach, verdampft zur Trockne und verkohlt den Rück-

stand sorgfältig. Die Kohle wird mit Wasser befeuchtet und fertig verbrannt. Man erhitzt dabei möglichst vorsichtig, da Bromid bei heller Rotglut flüchtig ist.

Der Rückstand wird in $0,25 \text{ cm}^3$ Wasser gelöst, am besten durch ein Kapillartrichterchen mit nahezu bis zum Boden reichendem Stiel in ein Reagensglas gegossen und 2mal mit $0,25 \text{ cm}^3$ Wasser nachgespült. Man fügt nun, ebenfalls durch den Kapillartrichter, $0,5 \text{ cm}^3$ Kaliumpermanganat und 5 Tropfen konz. Schwefelsäure zu und verschließt das Reagensglas sofort mit einem Korkpfropfen, mit welchem ein in das Reagensglas reichender Streifen Fluoresceinpapier eingeklemmt ist.

Soll die Reaktion in der Kälte ausgeführt werden, so lässt man das Reagensglas bis am nächsten Tag im Dunkeln stehen und beobachtet, ob sich der untere Teil des Reagenspapiers gerötet hat.

Bei Arbeiten in der Hitze ist darauf zu achten, dass der Korkpfropfen nicht ganz hermetisch schliesst, damit sich die Luft beim Erwärmen ausdehnen kann. Man erhitzt die Flüssigkeit über einer kleinen Flamme sehr vorsichtig allmählich zum Sieden und erhält sie etwa 5 Sekunden im leichten Kochen. Enthält der Süssmost ätherlösliche Bromverbindungen, so färbt sich das Fluoresceinpapier rötlich.

In zweifelhaften Fällen empfiehlt sich ein Umfärben auf Seide oder Wolle. Man gibt den Streifen Reagenspapier in ein Reagensglas, setzt etwas Wasser zu, kocht auf, fügt beispielsweise ein Wollfädchen von 1—2 mg Gewicht hinzu und kocht mit 1 cm^3 Wasser 1—2 Minuten lang. Bei Anwesenheit von Brom färbt sich der Wollfaden rötlich.

Zusammenfassung

Es werden einige Modifikationen an dem bekannten Nachweis von Brom mit Fluorescein angebracht. Ferner wird eine Vorschrift zum Nachweis organischer, ätherlöslicher Bromverbindungen in Süssmost gegeben, die sich sinngemäß auch auf andere Materialien übertragen lässt.

Résumé

Ce travail apporte quelques modifications à la recherche connue du brome au moyen de la fluorescéine. Il contient en outre une méthode pour la recherche dans le cidre doux de combinaisons organiques du brome, solubles dans l'éther, méthode qui serait susceptible d'être appliquée également à d'autres produits.

Literatur

- ¹⁾ *J. F. Reith*, Chem. Weekbl. 37, 510, 1940; Ref. Pharm. Z. H. 82, 249, 1941.
- ²⁾ *G. Schultz*, Farbstofftabellen, Weidmannsche Buchhandlung, Berlin 1914.