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

Herausgeber: Bundesamt für Gesundheit

Band: 44 (1953)

Heft: 3

Artikel: Die Mikrojodbestimmung in jodiertem Kochsalz

Autor: Furrer, H. / Staub, M.

DOI: https://doi.org/10.5169/seals-982849

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: 13.12.2025

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

Die Mikrojodbestimmung in jodiertem Kochsalz

Von *H. Furrer* und *M. Staub*
(Mitteilung aus dem kantonalen Laboratorium Zürich)

Das Prinzip der heute gebräuchlichen Methoden zur Bestimmung des Jodgehaltes in jodiertem Kochsalz ist erstmals von *Winkler* [1]) beschrieben worden. Es beruht darauf, dass das Jodid in saurer Lösung zu Jodat oxydiert wird, das sich nach Entfernung des überschüssigen Oxydationsmittels mit neu zugesetztem Jodid unter Jodausscheidung umsetzt. Die Menge des ausgeschiedenen Jodes ist nach folgender Gleichung sechsmal grösser als der Jodgehalt des ursprünglich vorhandenen Jodids.

$$JO_3^- + 5J^- + 6H^+ = 3J_2 + 3H_2O$$

Das ausgeschiedene Jod wird durch Titration mit Natriumthiosulfatlösung gemessen. In der Modifikation von *v. Fellenberg* [2]) hat diese Bestimmung Eingang in die 4. Auflage des schweizerischen Lebensmittelbuches gefunden.

Im Laufe des Jahres 1952 wurde uns eine für die neue Auflage des Lebensmittelbuches in Vorschlag gebrachte modifizierte Methode zur Überprüfung vorgelegt. Da wir bei vielen Modellversuchen mit dieser Arbeitsvorschrift Werte fanden, die durchwegs um 10—30 % und mehr vom theoretischen Werte abwichen, und zwar zur Hauptsache nach unten, versuchten wir abzuklären, ob nicht bei genauer Prüfung aller Faktoren eine grössere Genauigkeit und eine raschere Durchführbarkeit der Mikrojodbestimmung zu erreichen seien.

Es waren vor allem drei Punkte abzuklären:

1. Der unscharfe Endpunkt der Titration stellt nach *Werner* [3]) und *Gronover* und *Wohnlich* [4]) die grösste Fehlerquelle dar. Durch Erhöhung der Einwaage auf 50 g und Verwendung einer 0,01n-Natriumthiosulfatlösung (statt 0,004 n) kann die Titration bei einem deutlich sichtbaren Umschlag von zart blau nach farblos auf 1 Tropfen genau ausgeführt werden.
2. Nach *Prange* [5]) und *Andrew* und *Mandeno* [6]) liefert die Oxydation von Jodid zu Jodat in saurer Lösung zu niedrige Werte. Wie wir feststellen konnten, liefert die Oxydation in Lösungen vom pH 6—7 (mit Na_2HPO_4 gepuffert) sehr genaue Werte. Um die etwas umständliche Einstellung der Salzlösung auf ein pH von ca. 7 zu vermeiden, genügt es vollkommen, ein pH mit Hilfe von Salzsäure von 5—5,5 einzustellen.
3. Die vollständige Entfernung des überschüssigen Oxydationsmittels ist für die Erzielung genauer Werte unerlässlich. An Stelle längeren Kochens (bis zu einer Stunde) entfernen wir die Hauptmenge des überschüssigen Broms durch 5 Minuten dauerndes Kochen. Allfällig zurückbleibende Spuren von Brom werden durch Zusatz von Ameisensäure zerstört.

Reagenzien:

Arbeitsvorschrift

Methylrotlösung. 0,05 g Dimethylaminoazobenzol-Carbonsäure in 75 cm³ Alkohol (95%ig) gelöst und mit Wasser auf 100 cm³ verdünnt.

Bromwasser gesättigt. Frisch bereitet aus reinem, jodfreiem Brom.

Ameisensäure rein. Spezifisches Gewicht 1,2 = 90%ig.

Phosphorsäure rein. Spezifisches Gewicht 1,7 = ca. 85%ig.

Kaliumjodid chemisch rein, jodatfrei.

Stärkelösung 0,2%ig. Frisch bereitet durch Auflösen von löslicher Noredux-Standardstärke in siedend heissem Wasser.

0,01n-Natriumthiosulfatlösung. Frisch bereitet durch Verdünnen von 0,1n-Lösung.

Vorbemerkung: Da sehr kleine Jodmengen in grosser Verdünnung bestimmt werden, muss zur Erzielung reproduzierbarer Werte die Analysenvorschrift genau befolgt werden. Ferner sollen möglichst grosse Proben von jodiertem Salz nach gründlichem Durchmischen verwendet werden, um durch Entmischung bedingte Fehler zu verringern.

In einem 500-cm³-Erlenmeyer werden 50 g des gut gemischten Jodsalzes mit 175 cm³ destilliertem Wasser vollständig aufgelöst. Nach Zugabe von 2 Tropfen Methylrot wird bis zum ersten Farbwechsel von gelb nach orangerot 0,1n-Salzsäure zugesetzt (Vergleichslösung). Die Salzlösung wird sodann mit 1,5 cm³ Bromwasser versetzt und zum Sieden erhitzt, wobei durch zeitweiliges Umschwenken die Salzausscheidung infolge Überhitzung an der Gefässwand sorgfältig verhindert werden muss. Man hält vom Siedebeginn an 5 Minuten lang in mässigem Kochen. Nach Entfernung der Flamme lässt man 1 Minute lang stehen, setzt dann mit einer Pipette 1 cm³ Ameisensäure in der Weise zu, dass die Gefässwand rundum bespült wird, schwenkt um, lässt noch 1 Minute stehen und kühlt dann im Kühlbad auf 10—13° ab.

Die erkaltete Lösung wird mit 1 cm³ Phosphorsäure und ca. 0,1 g Kaliumjodid versetzt, umgeschwenkt und während genau 5 Minuten im Dunkeln stehen gelassen. Man fügt dann 1 cm³ der frisch bereiteten Noredux-Stärkelösung zu und titriert mit der Thiosulfatlösung aus einer in 0,01 cm³ eingeteilten Mikrobürette bis zur Entfärbung. Die Titration ist so zu führen, dass etwa alle 4 Sekunden 1 Tropfen von etwa 0,015 cm³ zugefügt wird *). Nach jeder Zugabe wird gut umgeschwenkt. Ein mit ca. 190 cm³ Wasser beschickter 500-cm³-Erlenmeyer dient auf weisser Unterlage als Vergleich.

1 cm³ 0,01n-$Na_2S_2O_3$-Lösung entspricht 0,2767 mg KJ.

Durch Multiplikation mit 20 erhält man mg KJ pro kg Salz.

Genauigkeit der Methode

1. *Modellversuche mit Natriumchlorid Ph.H.V. und Handelskochsalz:* Für die Ermittlung des Jodgehaltes benutzten wir Lösungen, die aus je 50 g des betreffenden Salzes unter Zusatz genau bekannter Mengen Kaliumjodid hergestellt wurden.

*) Die ausgezogene Bürettenspitze wird durch kurzes Eintauchen in flüssiges Paraffin wasserabstossend gemacht. Mit einer rostfreien Nadel bringt man eine feine Öffnung an.

Tabelle 1

Zusatz		Gefunden					
		Serie I mit NaCl Ph.H.V.			Serie II mit NaCl Ph.H.V.		
mg KJ pro 50 g Salz	= mg KJ pro kg Salz	Titration cm³ 0,01 n $Na_2S_2O_3$ *)	= mg KJ pro kg Salz	Differenz zum Sollwert mg KJ/kg	Titration cm³ 0,01 n $Na_2S_2O_3$ *)	= mg KJ pro kg Salz	Differenz zum Sollwert mg KJ/kg
0,275	5,50	0,99	5,48	— 0,02	—	—	—
0,250	5,00	0,90	4,98	— 0,02	0,89	4,93	— 0,07
0,225	4,50	—	—	—	0,81	4,48	— 0,02
0,200	4,00	0,72	3,98	— 0,02	0,73	4,04	+ 0,04
0,190	3,80	—	—	—	0,68	3,80	0
0,175	3,50	—	—	—	0,63	3,49	— 0,01
0,150	3,00	0,53	2,93	— 0,07	0,53	2,93	— 0,07
0,125	2,50	0,44	2,46	— 0,04	0,45	2,49	— 0,01
0,100	2,00	—	—	—	0,34	1,88	— 0,12
0,075	1,50	0,26	1,44	— 0,06	—	—	—
0,050	1,00	0,19	1,05	+ 0,05	—	—	—
		Serie III mit NaCl Ph.H.V.			Serie IV mit Handelskochsalz		
0,275	5,50	—	—	—	0,98	5,42	— 0,08
0,250	5,00	0,90	4,98	— 0,02	0,89	4,93	— 0,07
0,225	4,50	—	—	—	—	—	—
0,200	4,00	0,71	3,92	— 0,08	0,71	3,92	— 0,08
0,175	3,50	0,63	3,49	— 0,01	0,63	3,49	— 0,01
0,150	3,00	0,54	2,98	— 0,02	0,54	2,98	— 0,02
0,125	2,50	—	—	—	0,45	2,49	— 0,01
0,100	2,00	0,35	1,94	— 0,06	0,35	1,94	— 0,06
0,075	1,50	0,26	1,44	— 0,06	0,26	1,44	— 0,06
0,050	1,00	0,18	1,00	0	0,17	0,94	— 0,06

*) Der Titrationswert ist um einen eventuellen Blindversuchswert korrigiert. Für jede Versuchsserie wurden 3 Blindversuche zur Prüfung des verwendeten Materials durchgeführt.

Die Tabelle 1 zeigt, dass bei 30 Versuchen mit Jodidwerten von 1,0—5,5 mg KJ/kg Salz Abweichungen vom Sollwert zwischen +0,05 und — 0,08 mg KJ/kg, und nur in 1 Versuch — 0,12 mg KJ/kg Salz gefunden wurden.

2. *Versuche mit Handelsvollsalz:* In 3 Proben Handelsvollsalz von verschiedenen Verkaufsstellen ermittelte man den Jodgehalt nach unserem Verfahren. Hierauf setzte man je 50 g Salz bestimmte Mengen KJ zu und ermittelte den Jodgehalt erneut. Es wurden folgende Resultate erhalten:

Tabelle 2

Probe	Versuch Nr.	Zusatz		Gefunden			
		mg KJ pro 50 g Salz	= mg KJ pro kg Salz	Titration cm³ 0,01 n $Na_2S_2O_3$	= mg KJ pro kg Salz	Sollwert = Mittelwert + Zusatz	Differenz zum Sollwert mg KJ/kg
Vollsalz Nr. 1	1	0	0	0,69	3,82	—	—
	2	0	0	0,69	3,82	—	—
	Mittelwert	—	—	—	3,82	—	—
	3	0,025	0,50	0,78	4,32	4,32	0
	4	0,050	1,00	0,86	4,76	4,82	— 0,06
	5	0,075	1,50	0,95	5,26	5,32	— 0,06
Vollsalz Nr. 2	1	0	0	0,80	4,43	—	—
	2	0	0	0,81	4,48	—	—
	Mittelwert	—	—	—	4.46	—	—
	3	0,025	0,50	0,89	4,93	4,96	— 0,03
	4	0,025	0,50	0,90	4,98	4,96	+ 0,02
	5	0,050	1,00	0,99	5,48	5,46	+ 0,02
	6	0,075	1,50	1,06	5,87	5,96	— 0,09
	7	0,075	1,50	1,08	5,98	5,96	+ 0,02
Vollsalz Nr. 3	1	0	0	0,48	2,66	—	—
	2	0	0	0,48	2,66	—	—
	Mittelwert	—	—	—	2,66	—	—
	3	0,100	2,00	0,83	4,59	4,66	— 0.07
	4	0,100	2,00	0,82	4,54	4,66	— 0,12
	5	0,100	2,00	0,83	4,59	4,66	— 0,07

Die Tabelle 2 zeigt, dass die zugesetzten Werte sehr gut wiedergefunden wurden. Damit ist die Eignung der Methodik für die Jodbestimmung in Vollsalz erwiesen.

Nach den Versuchsergebnissen (Tabellen 1 und 2) kann mit einer maximalen Fehlerbreite von ± 0,1 mg KJ pro kg Salz gerechnet werden, besser wäre allerdings zu sagen $^{+0,05}_{-0,15}$ mg KJ/kg Salz, denn es werden eher etwas zu niedrige Werte erhalten, als zu hohe. Dies rührt davon her, dass die Erfassungsgrenze unter den herrschenden Versuchsbedingungen bei ca. 0,08 mg KJ pro kg Salz liegt.

Reproduzierbarkeit der Methode

Zur Feststellung der Reproduzierbarkeit wurde die Arbeitsvorschrift zwei weiteren Analytikern A und B ohne Kommentar übergeben. Die Salzproben wurden von uns hergestellt. Vollsalz Nr. 1 war das von uns bereits untersuchte Muster.

Tabelle 3

Analytiker	Probe	Zusatz		Gefunden		
		mg KJ pro 50 g Salz	= mg KJ pro kg Salz	Titration cm³ 0,01 n $Na_2S_2O_3$	= mg KJ pro kg Salz	Differenz zum Sollwert mg KJ/kg
A	Vollsalz Nr. 1	0	0	0,69	3,82	—
A	Vollsalz Nr. 1	0	0	0,70	3,87	—
A	Vollsalz Nr. 1	0,050	1,00	0,86	4,76	— 0,08 *)
B	NaCl Ph. H.V.	0	0	0	0	—
B	NaCl Ph. H.V.	0,250	5,00	0,90	4,98	— 0,02
B	NaCl Ph. H.V.	0,150	3,00	0,54	2,98	— 0,02

*) bei einem Mittelwert von 3,84 mg/kg.

Aus Tabelle 3 ergibt sich, dass die Reproduzierbarkeit innerhalb der Genauigkeit liegt.

Zusammenfassung

Die beschriebene Methode zur Bestimmung des Jodgehaltes in jodiertem Kochsalz ermöglicht es, im Vergleich zur bisherigen Methode des schweizerischen Lebensmittelbuches innert kürzerer Zeit genauere Werte zu erhalten.

Die Genauigkeit beträgt +0,05 bis —0,15 mg Kaliumjodid pro kg Salz. Die Reproduzierbarkeit ist identisch mit der Genauigkeit.

Résumé

On décrit une méthode de dosage de l'iode dans le sel de cuisine iodé qui permet d'obtenir en moins de temps des résultats plus précis que par la méthode du Manuel suisse des denrées alimentaires.

L'exactitude de la méthode est de +0,05 à —0,15 mg de iodure de potassium par kg de sel. La reproductibilité est du même ordre de grandeur que l'exactitude.

Summary

A method for the determination of iodine in salt (NaCl) containing this element is described. The advantages of this method are its speed and its accuracy (accuracy = +0,05 to — 0,15 mg KI per kg NaCl).

The reproducibility of the method is as good as its accuracy.

Literatur

[1]) *Winkler*, Chem. Ztg. **33**, 1316 (1909); Z. angew. Ch. **28**. I. 469 (1915).
[2]) *von Fellenberg*, Mitt. **14**, 176 (1923); Bioch. Z. **139**, 385 (1923).
[3]) *Werner*, Z.U.L. **60**, 495 (1930).
[4]) *Gronover* und *Wohnlich*, Z.U.L. **61**, 306 (1931).
[5]) *Prange*, Z.U.L. **66**, 556 (1933).
[6]) *Andrew* und *Mandeno*, Analyst **60**, 801 (1935) bzw. Z.U.L. **76**, 199 (1938).