

Zur refraktometrischen Bestimmung des Vanillins in Vanillinzucker

Autor(en): **Arbenz, E. / Werder, J.**

Objektyp: **Article**

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

Band (Jahr): **16 (1925)**

Heft 6

PDF erstellt am: **22.07.2024**

Persistenter Link: <https://doi.org/10.5169/seals-984351>

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.

Meiner Meinung nach steht es gar nicht fest, dass die gewichtsanalytisch gefundenen Werte absolut sicher sind, da der Honig beim längeren Trocknen (auch bei niedriger Temperatur im Vakuum) sich leicht etwas zersetzen kann, und es differieren denn auch — wie gesagt — Doppelbestimmungen stark. Bei einem physikalischen Verfahren, wie es das *Behre'sche refraktometrische* darstellt, besteht diese Gefahr nicht, da hier eine während der kurzen Messungszeit unveränderliche Lösung zur Untersuchung gelangt. Der Hauptwert dieser Methode gegenüber der gravimetrischen besteht aber in der grossen Zeitersparnis. Deshalb ist sie speziell auch zu Vorprüfungen und Serienuntersuchungen geeignet, während man in Zweifelfällen die gewichtsanalytische mit heranziehen wird.

Zur refraktometrischen Bestimmung des Vanillins in Vanillinzucker.

Von Dr. E. ARBENZ.

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

Vor nicht ganz einem Jahrzehnt ist unter dem Namen Vanillinzucker im Handel ein Produkt erschienen, das aus einer Mischung von synthetischem Vanillin und mehr oder weniger fein gemahlenem Zucker bestand. Das neue Präparat fand damals bei der Knappheit an Vanille gute Aufnahme und hat sich auch seither erhalten, da es keine weitere Arbeit in der Küche erfordert und bereits abgemessen, den Süss-Speisen einfach zugesetzt werden kann.

Relativ neu wie das Produkt, sind auch die gesetzlichen Bestimmungen, die sich damit befassen. Die eidg. Verordnung betreffend den Verkehr mit Lebensmitteln und Gebrauchsgegenständen vom 8. Mai 1914 erwähnt den Vanillinzucker noch nicht. Erst der im Jahre 1922 erschienene Anhang zur dritten Auflage des Schweiz. Lebensmittelbuches befasst sich damit, indem darin die Definition, die Anforderung an den Vanillingehalt und die Bestimmung desselben festgelegt sind.

Der Vollständigkeit wegen müssen noch einige Produkte erwähnt werden, die seither auf dem Markte aufgetreten sind. Es betrifft dies den Vanillezucker, der aus zerkleinerter, getrockneter Vanillefrucht und Zucker besteht, ferner Mischungen aus Vanillinzucker und Vanillezucker. Eine weitere Kategorie bilden diejenigen Präparate, die neben Zucker Ersatzmittel für Vanillin enthalten. Alle diese Produkte sind in der, im Entwurf vorliegenden revidierten eidg. Verordnung betreffend den Verkehr von Lebensmitteln und Gebrauchsgegenständen, berücksichtigt.

Die Bestimmung des Vanillingehaltes.

Diese Bestimmung erfolgte bisher durch Extraktion mit Aether und Wägen des Destillationsrückstandes. Da wegen der Leichtflüchtigkeit des ausgezogenen Vanillins beim Trocknen leicht Fehlerquellen entstehen können, haben *Schellbach* und *Bodinus*¹⁾ und *Sprinkmeyer* und *Gruenert*²⁾ Vorschläge über das Vorgehen beim Trocknen des Destillationsrückstandes mitgeteilt.³⁾ *Hasse*⁴⁾ bezeichnet diese gravimetrische Methode als «umständlich und wenig zusagend» und empfiehlt, das Vanillin auf refraktometrischem Wege zu ermitteln. Er benutzte dazu das Zeiss'sche Milchfettrefraktometer, in welchem er die Refraktion eines Tropfens des ätherischen Auszuges bestimmt. Aus der Differenz der Lichtbrechung des reinen Extraktionsmittels berechnet er den Gehalt der Lösung an Vanillin.

An Stelle des Milchfettrefraktometers empfiehlt *Utz*⁵⁾ das Eintauchrefraktometer nach Zeiss und anstatt des leichtflüchtigen Aethers schlug er als Lösungsmittel Aceton oder Methylalkohol vor, um später dem Chloroform⁶⁾ den Vorzug zu geben. Da die refraktometrischen Verfahren, vorausgesetzt, dass sie die gleiche Genauigkeit ergeben, rascher und weniger umständlich zum Ziele führen als die gravimetrischen, schien es angezeigt, die genannten Vorschläge einer Nachprüfung zu unterziehen.

Für meine Versuche benutzte ich selbsthergestellten Vanillinzucker und solchen, wie er im Handel erhältlich war. Dabei zeigte es sich, dass dieser zwar überall erhältlich ist, dass aber seine Herstellung sich auf einige wenige Firmen beschränkt.

Für die Versuche benutzte ich das von *Utz* empfohlene Eintauchrefraktometer nach Zeiss und zwar unter Verwendung des aufsteckbaren Bechers und Deckels, wodurch die zu untersuchende Flüssigkeit vor dem Verdunsten oder etwaigen Veränderungen durch den Einfluss der Luft, geschützt werden. Als Extraktionsflüssigkeit wählte ich Aceton, das gegenüber dem Chloroform den Vorteil besitzt, dass seine Lichtbrechung noch in den Messbereich desjenigen Instrumentes fällt, das mit Prisma I versehen ist. Es ist dasjenige Prisma, wie es zur Zeit allgemein für Milch, Bier etc. verwendet wird. Die Verwendung von Chloroform würde die Anschaffung eines weiteren Prismas (Prisma V) bedingen, dessen Preis sich nach der Preisliste von Zeiss (Mess 165 a, 1924) auf 102 Schweizerfranken beläuft. Eine solche Ausgabe würde sich aber speziell für kleinere Laboratorien nicht rechtfertigen, da refraktometrische Untersuchungen mit Chloroform als Lösungsmittel vorläufig noch zu den Ausnahmen gehören.

¹⁾ Z. U. N. G., 1918, **36**, 187 und 1920, **40**, 34.

²⁾ Z. U. N. G., 1919, **38**, 153 und 1920, **39**, 145.

³⁾ Ferner: *Pritzker* und *Jungkunz*, diese Zeitschr., 1924, **15**, 54.

⁴⁾ Chem.-Ztg., 1922, **46**, 233.

⁵⁾ Deutsche Parfumeriezeitg., 1922, Nr. 8.

⁶⁾ Schweizer. Chemikerztg., 1924, Nr. 1—2.

Es ist mit *Utz* nicht zu bestreiten, dass Chloroform einem wasserhaltigen Aceton vorzuziehen ist, andererseits kann aber wasserfreies Aceton im Handel erhalten oder selbst rasch hergestellt werden. Diesbezügliche Störungen habe ich bei meinen Versuchen nicht wahrgenommen. Das Lösungsmittel kann auf einfache Weise wiedergewonnen werden.

In letzter Zeit wurde mir auch ein Vanillin-Ersatzprodukt zugänglich, der sogenannte Bourbonal-Zucker, den ich ebenfalls in die Untersuchung miteinbezog.

Bestimmungen.

	Refraktometrisch	Gravimetrisch
Vanillinzucker, selbst hergestellt mit 1 % Vanillin	1,04 ‰	0,95 ‰
» » » » 2 ‰ »	2,08 ‰	2,03 ‰
» » » » 3 ‰ »	3,02 ‰	2,91 ‰
Vanilinzucker I.	1,53 ‰	1,52 ‰
» II.	1,67 ‰	1,67 ‰
» III.	1,50 ‰	1,48 ‰
» IV.	2,86 ‰	2,82 ‰
Bourbonal-Zucker	0,83 ‰	0,86 ‰

Aus den Versuchen geht hervor, dass das Bourbonal das Ergebnis der refraktometrischen Bestimmung nicht beeinträchtigt, da es das gleiche Lichtbrechungsvermögen besitzt, wie das Vanillin. Ebenso verhält sich ein anderes Ersatzmittel, das Cumarin, wie dies *Hasse* in seiner bereits erwähnten Publikation mitgeteilt hat.

Ueber die Unterscheidung dieser zwei Vanillinersatzstoffe von Vanillin orientieren *Schellbach* und *Bodinus*⁷⁾ über Bourbonal und *Geret*⁸⁾ über Cumarin.

Für die Ausführung der refraktometrischen Bestimmung sind folgende Punkte zu beachten:

1. Da die Vanillinzucker oft schlecht gemischt sind, empfiehlt es sich, die Probe vorher im Mörser zu zerkleinern und zu mischen.

2. Das Eintauchrefraktometer wird langsam in den mit der Flüssigkeit (ca. 12 cm³) gefüllten Becher eingesenkt, wobei die überschüssige Flüssigkeit ausfließt und der Bajonettverschluss geschlossen werden kann.

3. Es empfiehlt sich, einige Ablesungen vorzunehmen, indem man das Instrument für die Zeit der Ablesung aus dem Trog nimmt und gegen eine gute Lichtquelle hält.

Ausführung der refraktometrischen Bestimmung.

3 g Vanillinzucker werden in einen Tropftrichter von etwa 100 cm³ gebracht, mit der Pipette 20 cm³ wasserfreies Aceton zugegeben und eine Minute geschüttelt. Man lässt absetzen und giesst ca. $\frac{2}{3}$ der Flüssigkeit

⁷⁾ Z. U. N. G., 1920, 40, 34.

⁸⁾ Diese Zeitschr., 1920, 11, 69.

sigkeit durch ein Faltenfilter rasch in den mit Deckel versehenen Becher des Refraktometers und bringt den Becher an das Instrument, das in den bereits auf $17,5^{\circ}$ eingestellten Trog gehängt wird. Die Ablesung erfolgt nach 2—3 Minuten. In analoger Weise bestimmt man die Refraktion des Lösungsmittels.

Zur Berechnung dient die von *Utz* aufgestellte

Gehaltstabelle für Vanillin.

Δ Skalen- teile	% in Aceton	Δ Skalen- teile	% in Aceton	Δ Skalen- teile	% in Aceton	Δ Skalen- teile	% in Aceton
0,1	0,016	1,7	0,265	3,3	0,516	4,9	0,765
0,2	0,031	1,8	0,281	3,4	0,531	5,0	0,781
0,3	0,047	1,9	0,297	3,5	0,547	5,1	0,797
0,4	0,062	2,0	0,312	3,6	0,562	5,2	0,812
0,5	0,078	2,1	0,328	3,7	0,578	5,3	0,828
0,6	0,094	2,2	0,343	3,8	0,594	5,4	0,843
0,7	0,109	2,3	0,359	3,9	0,609	5,5	0,859
0,8	0,125	2,4	0,375	4,0	0,625	5,6	0,875
0,9	0,140	2,5	0,390	4,1	0,640	5,7	0,890
1,0	0,156	2,6	0,406	4,2	0,656	5,8	0,906
1,1	0,172	2,7	0,422	4,3	0,672	5,9	0,922
1,2	0,182	2,8	0,437	4,4	0,687	6,0	0,937
1,3	0,203	2,9	0,453	4,5	0,703	6,1	0,953
1,4	0,218	3,0	0,468	4,6	0,718	6,2	0,968
1,5	0,234	3,1	0,484	4,7	0,734	6,3	0,984
1,6	0,250	3,2	0,500	4,8	0,750	6,4	1,000

Δ = Zunahme der Lichtbrechung gegenüber der Lichtbrechung des Lösungsmittels.

% = g Vanillin in 100 cm³ des Lösungsmittels.

Berichtigung.

Im letzten Heft Seite 231 ist noch nachzutragen:

Zug. Von 690 untersuchten Milchproben wurden 112 beanstandet und zwar 10 als gewässert, eine als teilweise entrahmt, 87 wegen Verunreinigung, 2 wegen ungenügender Haltbarkeit, 7 als fehlerhaft (fadenziehend), 2 wegen ungenügendem Gehalt und 3 als käsereiuntauglich. Der Wasserzusatz betrug 10 bis 91 Prozent, der Fettzug 26 Prozent des ursprünglichen Fettgehaltes.