

**Zeitschrift:** Mitteilungen aus dem Gebiete der Lebensmitteluntersuchung und Hygiene = Travaux de chimie alimentaire et d'hygiène  
**Band:** 6 (1915)  
**Heft:** 6  
  
**Artikel:** Ueber die Bestimmung der Salicylsäure in Konfitüren  
**Autor:** Müller-Hoessly, E.  
**DOI:** <https://doi.org/10.5169/seals-984369>

### **Nutzungsbedingungen**

Die ETH-Bibliothek ist die Anbieterin der digitalisierten Zeitschriften. 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. [Siehe Rechtliche Hinweise.](#)

### **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. [Voir Informations légales.](#)

### **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. [See Legal notice.](#)

**Download PDF:** 09.11.2024

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

Zitronensäure enthalten. Während *Kunz* fand, dass der natürliche Zitronensäuregehalt in einzelnen Weinen 0,08 ‰ nicht überschreitet, kann dieser Gehalt nach unseren Erfahrungen noch wesentlich höher sein.

Die Angabe im schweizerischen Lebensmittelbuch, dass eine ausgesprochene Trübung oder ein flockiger Niederschlag (nach dem Verfahren von *Denigès*) auf künstlichen Zitronensäurezusatz hindeute, bedarf der Berichtigung.

2. Um eine Grenzzahl für den Zitronensäuregehalt in reinen Naturweinen aufstellen zu können, ist noch eine grosse Zahl von Bestimmungen erforderlich, wobei Weine von verschiedenster Herkunft zu berücksichtigen sind. Schon zu diesem Zwecke erscheint eine einfache praktische Methode erwünscht, nach der auch kleine Mengen Zitronensäure genügend genau ermittelt werden können. Dies wird durch das von uns vorgeschlagene Verfahren ermöglicht.

## Ueber die Bestimmung der Salicylsäure in Konfitüren.

Von Dr. E. MÜLLER-HÜESSLY.

Anlässlich einer Untersuchung von Konfitüren wurden einige der in den letzten Jahren ausgearbeiteten Methoden der Salicylsäurebestimmung nachgeprüft, und es soll in folgendem über die dabei gemachten Erfahrungen kurz berichtet werden.

Ueberblickt man die uns zur Verfügung stehenden Methoden der Salicylsäurebestimmung, so scheinen zunächst 2 in den letzten Jahren ausgearbeitete kolorimetrische Verfahren am einfachsten und deshalb für die Praxis am geeignetsten zu sein, nämlich:

1. Die Methode von *Heintz* und *Limprich*,<sup>1)</sup>
2. Die Methode von *Serger*.<sup>2)</sup>

Die erstere ist wie schon *Serger* betont hat, wenig empfindlich und gibt nur angenäherte Resultate, da man nur etwa 17% der vorhandenen Salicylsäure ausschüttelt und keine Garantie hat, dass bei den verschiedenen Ausgangsmaterialien das Lösungsverhältnis immer genau das gleiche bleibt. Immerhin ist die Methode als Vorprüfung gut verwendbar.

Die Methode von *Serger* dagegen leidet an dem prinzipiellen Fehler, dass es unmöglich ist, mit Petroläther-Chloroform durch einmaliges Ausschütteln alle Salicylsäure auszuziehen. Nach den folgenden Versuchen bleiben vielmehr 15—20% in der wässrigen Lösung zurück, die Resultate müssen zu niedrig ausfallen.

<sup>1)</sup> Z. U. N. G., 25, 714.

<sup>2)</sup> Ebenda, 27, 319.

	Ausgangsmaterial	Durch einmaliges Ausschütteln wiedergefunden	Verlust in %
1. Wasser	+ 230 mg Salicylsäure per kg	180 mg per kg	22
2. »	+ 300 » » » »	260 » » »	13
3. »	+ 400 » » » »	320 » » »	20
4. »	+ 500 » » » »	400 » » »	20
5. Quittengelee	+ 230 » » » »	200 » » »	13
6. »	+ 460 » » » »	390 » » »	15

In allen Fällen konnte auch in der nach dem ersten Ausschütteln zurückbleibenden wässrigen Lösung noch Salicylsäure nachgewiesen werden.

Als einfache und rasch orientierende Vorprüfung ist indessen auch dieses Verfahren sehr gut verwendbar, wenn man die erhaltenen Resultate um 15% erhöht.

Hat nun eine dieser kolorimetrischen Methoden das Vorhandensein einer grösseren, eventuell zur Beanstandung führenden Salicylsäuremenge ergeben, so wird eine genauere Bestimmung nicht zu umgehen sein. Dazu stehen uns die Titrationsmethode von *von Fellenberg*<sup>1)</sup> und die Sublimationsmethode von *Philippe*<sup>2)</sup> zur Verfügung. Namentlich die letztere ist sehr elegant und dem Chemiker wohl auch sympathischer als die ziemlich umständliche und mit mehreren Korrektionsfaktoren rechnende Titrationsmethode. Immerhin wird es namentlich in kleineren Laboratorien als Nachteil empfunden, dass für eine doch selten auszuführende Bestimmung ein besonderer Apparat nötig ist. Dieser Uebelstand lässt sich nun in äusserst einfacher Weise beseitigen, indem man die Wasserkühlung durch Luftkühlung ersetzt. Ein vermitteltst der Wasserstrahlpumpe senkrecht von oben auf das Uhrglas gerichteter starker Luftstrom genügt dazu vollständig; eine besondere Apparatur ist nicht mehr nötig, auch das Ein- und Aushaken des Uhrglases und das Abtrocknen fallen weg. Ferner kann sich die schlechte Leitfähigkeit des Glases der Kristallisierschalen unangenehm bemerkbar machen, indem beim Beginn der Sublimation ein Teil der Salicylsäure sich nicht direkt ans Uhrglas niederschlägt, sondern am oberen noch kalten Rande der Schale. Es ist dann längeres und stärkeres Erhitzen nötig, um auch diese Teile ans Uhrglas zu bringen, und dabei war ein gelegentliches Springen der Kristallisierschalen nicht zu vermeiden, trotz Anwendung eines Sandbades. Es wurden deshalb die Glasschalen durch Nickelschalen, wie sie zur Wasserbestimmung in Butter verwendet werden, ersetzt und dadurch zugleich die Sublimationszeit bedeutend abgekürzt.

Dass die Genauigkeit durch diese Abänderungen nicht leidet, zeigen die folgenden Resultate:

<sup>1)</sup> Diese Mitteilungen 1, 139.

<sup>2)</sup> Ebenda, 3, 41.

	Salicylsäure abgewogen	gefunden	in Prozenten
1.	22,0 mg	22,1 mg	100,5
2.	35,0 »	33,7 »	96,3
3.	23,1 »	22,6 »	97,8
4.	6,9 »	6,7 »	98,5
5.	19,7 »	19,2 »	97,5
6.	45,1 »	44,4 »	98,5
7.	7,4 »	7,5 »	101,4

Mittel = 98,6 %.

	Benzoessäure abgewogen	gefunden	in Prozenten
	21,0 mg	20,9 mg	99,5
	Saccharin abgewogen		
	21,3 mg	20,6 mg	96,7

Dieser kleine Verlust bei der Sublimation selbst lässt sich wohl vernachlässigen. Viel bedeutender dagegen ist die Salicylsäuremenge, die bei der Vorbehandlung des Materials mit Bleiessig und Zitrat durch die dabei entstehenden Niederschläge zurückgehalten wird, und die, wie von *Fellenberg* gezeigt hat, etwa 10 % beträgt. Durch eine entsprechende Korrektur bei der Berechnung hat er auch diesen Fehler bei seiner Titrationsmethode nach Möglichkeit auszuschalten gesucht.

Da nun in der Sublimationsmethode die Konfitüren in derselben Weise mit Bleiessig und Zitrat zur Ausschüttelung vorbereitet werden, so muss auch hier das Resultat um 10 % zu niedrig ausfallen; es sollte dies auch hier bei der Berechnung berücksichtigt werden. Diese Korrektur ist nun in der Arbeit von *Philippe* nicht erwähnt und, wie z. B. aus den S. 336, Bd. IV angegebenen Bestimmungen hervorgeht, auch nicht berücksichtigt worden. Dort wurden z. B. aus einer 7,5 g Saft entsprechenden Menge Filtrat 3,2 mg Sublimat erhalten und daraus direkt der Gehalt im kg zu 426 mg berechnet, ohne Berücksichtigung der durch die Bleiniederschläge entstandenen Verluste.

Auch bei den Bd. IV, S. 354 angegebenen nach beiden Methoden durchgeführten Analysenbeispielen ist offenbar dieser Verlust unberücksichtigt geblieben. Erhöht man die Resultate um 10 %, so fallen sie zwar meist etwas zu hoch aus, stimmen aber im allgemeinen doch eher besser mit den *Fellenberg'schen* Resultaten überein (unkorrigiert im Mittel 6,2 % niedriger, korrigiert im Mittel 3,2 % höher).

Nach obigem scheint für die Praxis folgendes Vorgehen am geeignetsten zu sein:

1. Kolorimetrische Vorprüfung;
2. wenn nötig Kontrolle des Resultates nach der Sublimationsmethode von *Philippe* unter Berücksichtigung der angegebenen Korrektur, oder nach der Titrationsmethode von *v. Fellenberg*.