Beitrag zum Nachweis von Obstwein in Traubenwein nach J. Werder : vereinfachte Darstellung von Hexa-Acetylsorbit aus Benzal-Sorbit

Autor(en): **Jahn, R. / Weber, F. von**

Objekttyp: **Article**

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

Band (Jahr): **22 (1931)**

Heft 1-2

PDF erstellt am: **28.05.2024**

Persistenter Link: https://doi.org/10.5169/seals-983892

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.

Ein Dienst der *ETH-Bibliothek*
ETH Zürich, Rämistrasse 101, 8092 Zürich, Schweiz, www.library.ethz.ch

http://www.e-periodica.ch

haupt nicht angeführt ist; es dürfte sich vielleicht empfehlen, dieses doch nicht allzu seltene Gewürz in der Neuauflage zu berücksichtigen.

Zusammenfassung.

1. Es wird ein kurzer Ueberblick über die bisherigen Verfahren zur Bestimmung der ätherischen Oele in Gewürzen gegeben.
2. Die wichtigsten dieser Verfahren wurden einer kurzen, orientierenden Nachprüfung unterzogen; dabei erwies sich die gravimetrische Methode in der von *Griebel* angegebenen Form wegen ihrer Einfachheit und ausreichenden Genauigkeit als für die Praxis am geeignetsten.
3. Es wurde ein neues Verfahren zur Bestimmung der ätherischen Oele in Gewürzen ausgearbeitet, nämlich die Bestimmung durch Chromsäureoxydation nach *v. Fellenberg*.
4. In einer grösseren Reihe von Gewürzen wurde der Gehalt an ätherischem Oel sowohl nach der gravimetrischen Methode von *Griebel*, als auch nach der titrimetrischen Methode von *v. Fellenberg* bestimmt.
5. Es wird eine Zusammenstellung der Grenzwerte der wichtigeren Gewürze an ätherischem Oel gegeben, und es werden einige Abänderungsvorschläge für die Neuausgabe des Schweiz. Lebensmittelbuches gemacht.

Beitrag zum Nachweis von Obstwein in Traubenwein nach J. Werder: Vereinfachte Darstellung von Hexa-Acetylsorbit aus Benzal-Sorbit.

Von Dr. R. JAHN.

(Mitteilung aus dem Kantonalen Laboratorium Bern, Vorstand: Dr. F. von Weber.)

Zum einwandfreien Nachweis von Obstwein in Traubenwein nach *Werder* hat es sich als erforderlich erwiesen, den primär erhaltenen Benzalsorbit näher zu charakterisieren, um Verwechslungen mit ähnlich aussehenden Verbindungen zu vermeiden. Hierzu sind von verschiedenen Seiten Vorschläge gemacht worden. Die einen zielen dahin, das Kondensationsprodukt zwischen Sorbit und Benzaldehyd durch Umlösen aus organischen Lösungsmitteln in eine kristallisierte Form von wohldefiniertem Schmelzpunkt überzuführen. Unseres Wissens sind diese Methoden bis jetzt ohne Erfolg geblieben, wohl aus dem einfachen Grunde, weil der nach *Werder* erzeugte Benzalsorbit keine einheitliche Verbindung, sondern ein Gemisch aus Di- und Tribenzalsorbit darstellt.

Es ist schon von *J. Werder* darauf hingewiesen worden, dass die sicherste Erkennung von Sorbit dadurch erreicht wird, dass man ihn aus der Benzalverbindung in die eindeutig zu erkennende Hexa-Acetylverbindung überführt. Eine gut brauchbare Vorschrift für diese Umwandlung wurde von *C. Zäch*[1]) beschrieben.

Es hat sich indessen gezeigt, dass mitunter dieser Methode einige Mängel anhaften: Einmal wird der Benzalsorbit, besonders wenn er in

[1]) Diese Mitt., **20**, 14, 1929.

trockenem Zustande vorliegt, von Normalschwefelsäure nur äusserst schwierig benetzt und infolgedessen auch nur langsam in die Komponenten gespalten. Nebenbei sei hier mitgeteilt, dass dieser Schwierigkeit leicht aus dem Wege gegangen werden kann, wenn *vor* der Zugabe der Normalschwefelsäure der trockene Benzalsorbit mit einigen Tropfen Alkohol versetzt wird, den man unmittelbar darauf auf dem Wasserbad wieder verdampft. Eine weitere Unannehmlichkeit bietet sodann gelegentlich das Ausfällen der Schwefelsäure mittels Bariumhydroxyd, da öfters nur durch wiederholtes Filtrieren des Bariumsulfates ein klares Filtrat erhalten werden kann. Durch diese Behandlung ist auch ein Substanzverlust nicht ausgeschlossen, der, namentlich wenn man sehr kleine «Sorbitniederschläge» zu verarbeiten hat, recht unangenehm sich auswirken kann.

Von dem Gedanken geleitet, diesen Schwierigkeiten nach Möglichkeit zu begegnen, wurde versucht, die Spaltung des Benzalsorbits durch ein geeigneteres Agens als durch Schwefelsäure zu bewirken. Ein solches wurde in methylalkoholischer Salzsäure gefunden. Diese bietet den Vorteil, ein gutes Lösungsmittel für Benzalsorbit darzustellen, so dass die Spaltung sich mit Leichtigkeit vollziehen kann; des weiteren lässt sie sich aus dem Reaktionsgemisch wieder glatt entfernen, so dass auf kürzerem Wege ein für die Acetylierung vorbereitetes Produkt erhalten wird. Es könnte natürlich an Stelle von methyl- auch aethylalkoholische Salzsäure verwendet werden. Doch gaben wir der ersteren wegen des tieferen Siedepunktes den Vorzug.

Die Ueberführung von Benzalsorbit in Hexa-Acetylsorbit gestaltet sich danach in folgender Weise:

1. Herstellung von methylalkoholischer Salzsäure: Unter Kühlung wird in 100 cm^3 Methanol der mittels überschüssiger Schwefelsäure aus etwa 6 g pulverisierten Kochsalzes erzeugbare Chlorwasserstoff unter Zwischenschaltung einer mit Schwefelsäure beschickten Sicherheits-Waschflasche eingeleitet. Auch kann man eine beliebig stärkere Salzsäure in dieser Weise bereiten und nachträglich durch passende Verdünnung mit Methanol auf ungefähr normale Säure einstellen.

2. Der im Vakuum über Schwefelsäure getrocknete Benzalsorbit wird — je nach der vorliegenden Menge — mit 1 bis 2 cm^3 ca. normal methylalkoholischer Salzsäure in einem 50 cm^3 Rundkölbchen 10 bis 15 Minuten unter Rückfluss auf dem Wasserbad erwärmt. Nach vollzogener Spaltung wird der Rückflusskühler entfernt und die Flüssigkeit abgedampft. Es hinterbleibt ein sirupöser Rückstand, dessen Geruch noch die Anwesenheit von Chlorwasserstoff und Benzaldehyd, auch etwa von schon aus diesem entstandener Benzoesäure verrät. Man versetzt nun mit einigen Tropfen Wasser und verdampft unter Einblasen von Luft wieder zur Trockne. Diese Behandlung wird nötigenfalls wiederholt. Die letzten Spuren Benzaldehyd und Chlorwasserstoff lassen sich auch durch Ansetzen

von Vakuum unter gelindem Erwärmen leicht entfernen. Auf diese Weise gelangt man zu einem Trockenrückstand, der hauptsächlich aus Sorbit besteht, und der nun ohne weiteres nach bekannter Vorschrift acetyliert wird. Die darin noch enthaltenen Verunreinigungen werden grösstenteils dadurch entfernt, dass man nach der Acetylierung dem mit heissem Wasser aufgenommenen Reaktionsgemisch eine Spur guter Tierkohle zusetzt und nach einigem Erhitzen auf dem Wasserbad heiss in ein kleines Kristallisierschälchen filtriert. Nach Abdampfen der überschüssigen Essigsäure wird zur Kristallisation kalt gestellt. Eventuell kann man nach *Kreis* das essigsäurefreie Acetylierungsgemisch ausäthern und nach Verdampfen des Aethers den Rückstand aus wenig Wasser kristallisieren.

Une amélioration du procédé Landmann pour la détermination de l'acidité volatile du vin.

La proportion des acides volatils du vin qui passe à la distillation, d'après la méthode officielle du L. M. B., dépend de la construction de l'appareil, du diamètre des tuyaux, de la conduite de la distillation, et il est reconnu que, dans les meilleures conditions, il est difficile d'obtenir dans 200 cm³ de distillat la totalité des acides volatils lorsque le vin en contient une quantité atteignant ou dépassant la limite légale de 2 ‰.

On peut remédier facilement à ce défaut en ajoutant environ 10 g de sel de cuisine aux 50 cm³ de vin préparés pour la distillation.

Voici les résultats d'essais comparatifs, avec et sans cette addition, opérés sur une solution d'acide acétique à 2,03 g par litre, soit 16,9 $\frac{n}{10}$ pour 50 cm³. Avant la distillation on a ajouté à chaque essai environ 0,5 g d'acide tartrique.

	avec sel	sans sel
100 cm³	15,2 cm³ $\frac{n}{10}$	11,5 cm³ $\frac{n}{10}$
100 cm³	1,7 cm³ $\frac{n}{10}$	4,4 cm³ $\frac{n}{10}$
Total dans 200 cm³ . .	16,9 cm³ $\frac{n}{10}$	15,9 cm³ $\frac{n}{10}$

Grâce au sel les 90 % de l'acidité volatile passent déjà dans les 100 premier cm³, tandis qu'avec la méthode officielle on n'obtient dans les 200 cm³ que 94 % de l'acidité volatile totale.

J. Jeanprêtre, Neuchâtel.

Bücherbesprechungen.

RAFFAELLO NASINI, Senatore del Regno d'Italia. — **I soffioni ed i lagoni della Toscana e la industria Boracifera.** — Storia, Studi, Ricerche chimiche e chimico-fisiche eseguite principalmente nell'ultimo venticinquennio. — 1 vol. in folio di circa 700 pagine, con numerosi illustrazioni e alcuni fuori testo.

Roma, Tipografia editrice italiana, Corso Umberto I, N. 20, 1930, Anno VIII.