

# Ueberführung von Dibenzalsorbit in Hexaacetylsorbit

Autor(en): **Zäch, C. / Werder, J.**

Objektyp: **Article**

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

Band (Jahr): **20 (1929)**

Heft 1

PDF erstellt am: **13.09.2024**

Persistenter Link: <https://doi.org/10.5169/seals-983853>

## **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.

scheidet sich Weinstein aus, der leicht an die Kolbenwandungen verspritzt, weshalb ein besonders gründliches Mischen mit den zuzusetzenden Reagentien erforderlich ist) die richtige Konsistenz aufweist. Dampft man zu stark ein, so lässt sich der Rückstand nicht mehr gut mischen, und ist er noch zu wasserhaltig, so tritt die Kondensation nicht oder nur sehr unvollständig ein. Zweckmässig wird deshalb der Kolben gegen Schluss der Destillation von Hand umgeschwenkt, bis sein Inhalt die richtige Konsistenz aufweist. Der Destillationsrückstand wird unter dem Vakuum belassen, bis sich der Kolben kalt anfühlt. Dann werden 4 Tropfen, bei zu erwartendem hohen Gehalt an Obstwein entsprechend mehr, Benzaldehyd und  $1,0 \text{ cm}^3$  Schwefelsäure (1 Vol. Wasser und 1 Vol. konzentrierte Schwefelsäure) zugegeben, das Ganze längere Zeit tüchtig durchgeschüttelt und dann mindestens 10 Stunden verschlossen in der Kälte stehen gelassen.

Nach Ablauf dieser Frist fügt man zum Reaktionsprodukt allmählich und unter Schütteln ca.  $100 \text{ cm}^3$  destilliertes Wasser. Bei Gegenwart von Obstsaft, die bei Zusätzen von mindestens 10% bei richtigem Arbeiten meist schon daran zu erkennen ist, dass die Reaktionsmasse zu einem Kuchen erstarrt, während sie bei unvermischem Wein noch teilweise flüssig bleibt, bleibt der entstandene Dibenzalsorbit als weisser, flockiger Niederschlag ungelöst, während das Reaktionsprodukt von reinem Wein sich in der gleichen Menge Wasser nahezu klar auflöst oder sich nur ganz geringe Mengen Niederschlag absetzen. Sind diese Mengen irgendwie erheblich, so wiederholt man den Versuch mit  $200\text{--}300 \text{ cm}^3$  des gleichen Weines und prüft den Niederschlag nach dem in der nachfolgenden Arbeit des Herrn Dr. Zäch beschriebenen Verfahren.

Zweckmässig ist eine Vergleichung mit notorisch echtem Wein der gleichen oder ähnlichen Herkunft rein und mit 10% Obstsaft verschnitten.

Den Herren Dr. Zäch und Dr. von Fellenberg danke ich für ihre wertvolle Mitarbeit an den vorliegenden Untersuchungen.

## Ueberführung von Dibenzalsorbit in Hexaacetylsorbit.

Von Dr. C. ZÄCH.

(Vergl. vorstehende Mitteilung.)

(Mitteilung aus dem Laboratorium des Eidg. Gesundheitsamtes.)

Vorstand: Dr. J. Werder.)

Zur einwandfreien Identifizierung des Sorbites aus obstweinhaltigen Getränken ist es notwendig, die Sorbit-Benzaldehydverbindung in die gut kristallisierende Hexaacetylverbindung überzuführen. Zu diesem Zwecke wird der Dibenzalsorbit nach *Meunier*<sup>1)</sup> mit verdünnter Säure in die Kom-

<sup>1)</sup> Ann. chim. phys., 22, 412 (1891).

ponenten gespalten und der entstandene Sorbit acetyliert. Erforderlich sind mindestens 0,05 g Dibenzalsorbit, welche Menge im allgemeinen aus 100 bis 200 cm<sup>3</sup> eines 10% Obstwein enthaltenden Getränkes zu erhalten ist.

Man verfährt in folgender Weise:

Der Niederschlag von Dibenzalsorbit wird filtriert und mit Wasser ausgewaschen. 0,05 g des bei 105° getrockneten Produktes erhitzt man in einem 50 cm<sup>3</sup> Erlenmeyerkölbchen mit 2 cm<sup>3</sup> N-Schwefelsäure 1 Stunde auf dem Wasserbade, zweckmässig unter Verwendung eines Birnenkühlers nach *Th. v. Fellenberg*<sup>2)</sup>. Es sollen jetzt keine Flocken von unverändertem Dibenzalsorbit mehr vorhanden sein. Nach dem Erkalten wird der entstandene Benzaldehyd durch mehrmaliges Ausschütteln mit Aether entfernt und der im Kölbchen verbliebene Aetherrest durch kurzes Erwärmen und Einblasen von Luft beseitigt. Die wässrige Lösung wird nun nach Versetzen mit 1 Tropfen Phenolphthalein mit Barytlaug genau neutralisiert. Nach einigem Stehen auf dem Wasserbade wird vom entstandenen Bariumsulfat abfiltriert und das klare Filtrat in einem 50 cm<sup>3</sup> Rundkölbchen im Vacuum bei Wasserbadtemperatur zur Sirupkonsistenz eingedampft. Der Rückstand wird nach *Tutin*<sup>3)</sup> acetyliert, indem man den Kölbcheninhalt nach Zusatz von 0,5 cm<sup>3</sup> Essigsäureanhydrid und 1 Tropfen Pyridin 1 Stunde auf dem Wasserbade erhitzt. Zur noch warmen Lösung werden unter kräftigem Schütteln allmählich 5 cm<sup>3</sup> Wasser zugesetzt, worauf nach mehrstündigem Stehen die Acetylverbindung in grossen, farblosen, derben Prismen auskristallisiert. Zur Beschleunigung der Kristallisation empfiehlt sich, die Lösung mit einer Spur von reinem Hexaacetylsorbit anzuimpfen.

Gelegentlich kann es vorkommen, dass die Acetylverbindung trotz 12-stündigem Stehen nicht auskristallisiert. In diesem Fall wird die Lösung ausgeäthert, die ätherische Lösung nacheinander mit Wasser, 10%iger Sodaauslösung und wieder mit Wasser gewaschen, und der nach dem Abdestillieren des Aethers verbleibende Rückstand mit 5 cm<sup>3</sup> heissem Wasser versetzt, worauf die Acetylverbindung nach mehrstündigem Stehen auskristallisiert.

Der auf diese Weise erhaltene Hexaacetylsorbit zeigt meist ohne weitere Umkristallisation den richtigen Schmelzpunkt von 98/99°. Ist dies nicht der Fall, so muss die Verbindung noch aus heissem Wasser umkristallisiert werden.

---

<sup>2)</sup> Diese Mitt., 15, 242 (1924).

<sup>3)</sup> The Bioch. Journ., 19, 416 (1925).