

Über die Zusammensetzung des beim Obstweinnachweis nach dem Sorbitverfahren entstehenden Niederschlages

Autor(en): **Zäch, Clemens / Werder, J.**

Objektyp: **Article**

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

Band (Jahr): **21 (1930)**

Heft 3

PDF erstellt am: **13.09.2024**

Persistenter Link: <https://doi.org/10.5169/seals-983931>

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.

entfärbten Weines immer noch einen 300 cm³ fassenden Jenaer-Destillierkolben aus starkem Glase und verbinde ihn unter Einschaltung einer Woulff'schen Flasche mit der Wasserstrahlpumpe.

Das offene Eindampfen auf dem Wasserbade bietet meines Erachtens keine Vorteile gegenüber der Destillation unter vermindertem Druck, die sich in höchstens 20 Minuten durchführen lässt, während zum offenen Eindampfen der gleichen Flüssigkeitsmenge durchschnittlich 1½ Stunden erforderlich sind und sich der Rückstand stets bräunt.

Über die Zusammensetzung des beim Obstweinnachweis nach dem Sorbitverfahren entstehenden Niederschlages.

Von Dr. CLEMENS ZÄCH.

(Mitteilung aus dem Laboratorium des Eidg. Gesundheitsamtes,
Vorstand: Dr. J. Werder.)

I.

Seit dem Bekanntwerden des Sorbitverfahrens¹⁾ zum Nachweis von Obstwein in Traubenwein sind eine ganze Reihe mehr oder weniger glücklicher Verbesserungsvorschläge gemacht worden. Insbesondere war manchen die Ueberführung der Sorbit-Benzaldehydverbindung in die Hexaacetylverbindung²⁾ zu umständlich; es wurde deshalb von verschiedenen Seiten empfohlen, die Acetylierung wegzulassen und die Identifizierung des Sorbits einfach durch die Schmelzpunktbestimmung der entsprechend gereinigten Benzaldehydverbindung vorzunehmen.

So schlagen *von der Heide* und *Hennig*³⁾ vor, den Sorbit-Benzaldehydniederschlag nach Auswaschen mit wenig Alkohol und Aether durch Umlösen aus Benzol zu reinigen und dann den Schmelzpunkt zu bestimmen. Dieser soll bei 162—163° liegen.

*Kirchmayr*⁴⁾ verfährt ähnlich, jedoch kocht er den Niederschlag vor dem Umkristallisieren noch längere Zeit mit grossen Mengen Wasser aus, um, wie er angibt, den die Dibenzalverbindung begleitenden Monobenzalsorbit zu entfernen. Der Rückstand soll dann, eventuell nach Umlösen aus Chloroform oder Alkohol, nach vollständigem Trocknen stets bei 162° schmelzen.

*Fiesselmann*⁵⁾, *Bleyer* und *Diemair*⁶⁾, *Röhling* und *Richarz*⁷⁾ und andere konnten dagegen keine derartige Konstanz des Schmelzpunktes

1) *Werder*, diese Mitt., **20**, 7 (1929).

2) *Zäch*, diese Mitt., **20**, 14 (1929).

3) *Zeitschr. analyt. Chem.*, **77**, 441 (1929).

4) *Das Weinland*, **1929**, 361.

5) Diese Mitt., **20**, 45, 217 (1929).

6) *Chem. Ztg.*, **53**, 621, 641 (1929).

7) *Chem. Ztg.*, **54**, 61 (1930).

feststellen, dieser schwankte meist innerhalb weiter Grenzen; dasselbe konnten auch *Werder* und ich bei den früheren Untersuchungen stets beobachten. Auch *Emil Fischer*⁸⁾ berichtet schon vor längerer Zeit über die Schwierigkeit, den Dibenzalsorbit durch Umkristallisieren zu reinigen und einen konstanten Schmelzpunkt zu erhalten.

Nach *Meunier*⁹⁾, der die Verbindungen von Sorbit mit Benzaldehyd zuerst dargestellt hat, besteht der Dibenzalsorbit aus einem Gemisch zweier Isomere, die durch kochendes Wasser getrennt werden können. Die eine Form ist vollständig unlöslich in kochendem Wasser und stellt ein amorphes Pulver¹⁰⁾ vom Schmelzpunkt 162° (163—164°) dar; die Elementaranalyse ergab Uebereinstimmung mit der Formel des Dibenzalsorbites. Die zweite Form löst sich in dem 1000-fachen Gewicht kochendem Wasser und ist ebenfalls ein amorphes Pulver, das unscharf gegen 200° schmilzt. Die Elementaranalyse gab 2% weniger Kohlenstoff als der Formel für Dibenzalsorbit entspricht.

Davis, Slater und *Smith*¹¹⁾ haben anlässlich einer thermochemischen Studie die Eigenschaften des Dibenzalsorbites nachgeprüft. Sie konnten jedoch nur eine einzige Form von schwankendem Schmelzpunkte (179—184°) isolieren und halten die von *Meunier* erhaltene zweite Form für irgend eine Verunreinigung. Ebenso konnten auch *von der Heide* und *Hennig*¹²⁾ nur eine Form erhalten.

Wie aus den angeführten Literaturangaben zu ersehen ist, werden über diese Sorbit-Benzaldehydverbindung sehr verschiedenartige und z. T. widersprechende Angaben gemacht. So wird der Schmelzpunkt bald als konstant, bald als sehr schwankend angegeben, ferner wird über das Vorhandensein von Isomeren gestritten usw. Diese Verhältnisse lassen es fraglich erscheinen, ob es sich bei dem aus Sorbit resp. aus Obstwein mit Benzaldehyd und Schwefelsäure zu erhaltenden Niederschlag überhaupt um einen einheitlichen Körper handelt.

Es erschien deshalb, angesichts der Bedeutung des Sorbitverfahrens für die Praxis, von Interesse, diesen allgemein als «Dibenzalsorbit» angesehenen Niederschlag genauer zu untersuchen.

II.

Zunächst wurde eine grössere Menge der Sorbit-Benzaldehydverbindung aus Obstwein dargestellt. Zu diesem Zwecke wurden 1½ L zuvor mit Tierkohle entfärbter Obstwein in Portionen zu je 150 cm³ wie üblich

⁸⁾ Ber. Deutsch. Chem. Ges., **23**, 3684 (1890).

⁹⁾ Compt. rend., **108**, 148 (1889); **110**, 577 (1890); Ann. chim. phys. (6), **22**, 412 (1891).

¹⁰⁾ In einer neueren Publikation [Ann. chim. phys. (8), **25**, 286 (1912)] gibt *Meunier* an, den Dibenzalsorbit *in Nadeln kristallisiert* erhalten zu haben.

¹¹⁾ The Bioch. Journ., **20**, 1155 (1926).

¹²⁾ Zeitschr. analyt. Chem., **77**, 446 (1929).

im Vakuum zur Sirupkonsistenz eingedampft und mit Benzaldehyd und Schwefelsäure (1:1) versetzt. Man erhielt nach dem Auswaschen mit Wasser und mit wenig Aether ca. 7,5 g trockenes Rohprodukt vom Schmelzpunkt 183—184° (bei schnellem Erhitzen 181—183°).

Um nun nach *Meunier* eine allfällige Trennung in zwei Isomere zu bewirken, wurde das gesamte Rohprodukt am Rückflusskühler mehrere Male je etwa 1 Stunde lang mit je $\frac{1}{2}$ —1 L Wasser ausgekocht, bis nichts mehr in Lösung ging, wozu etwa $3\frac{1}{2}$ L Wasser (d. h. etwa die 500-fache Menge) nötig waren. Dabei blieben geringe Mengen eines hellgrauen, amorphen Pulvers ungelöst zurück, während der grösste Teil des Ausgangsmaterials in Lösung gegangen war.

Die einzelnen Auskochungen wurden heiss durch einen Heisswassertrichter filtriert, worauf beim Erkalten das gesamte Filtrat zu einer farblosen Gallerte erstarrte. Umrühren und Schütteln bewirkte eine Umwandlung in gallertige Flocken, die sich relativ leicht filtrieren liessen. Man erhielt auf diese Weise nach dem Abnutschen und Trocknen auf Ton 4,6 g eines hellgrauen Pulvers vom Schmelzpunkt 207—209°. Zur weiteren Reinigung wurde dieses mehrere Male aus Chloroform umgelöst, in welchem es ziemlich schwer löslich ist (1 g Substanz lösen sich in ca. 250 cm³ siedendem Chloroform) und beim Erkalten als Gallerte wieder ausfällt.

Das auf diese Weise gereinigte und im Vakuumexsiccator über Calciumchlorid getrocknete Produkt stellte ein weisses, amorphes Pulver vom Schmelzpunkt 214—216° dar.

Die Elementaranalyse ergab zunächst folgende Werte:

	0,1846 g Subst.:	0,4298 g CO ₂ ;	0,0968 g H ₂ O	
				Gef. C: 63,52 %; H: 5,87 %
Monobenzalsorbit . . .	C ₁₃ H ₁₈ O ₆			Ber. » 57,76 %; » 6,71 %
Dibenzalsorbit . . .	C ₂₀ H ₂₂ O ₆			» 67,01 %; » 6,19 %
Tribenzalsorbit . . .	C ₂₇ H ₂₆ O ₆			» 72,62 %; » 5,87 %
Dibenzalsorbit . . .	C ₂₀ H ₂₂ O ₆ · H ₂ O			» 63,81 %; » 6,43 %

Die Analyse stimmt weder auf Dibenzalsorbit, noch auf die Tri- oder Monoverbindung; wenn man aber auf Dibenzalsorbit mit 1 Mol. Wasser berechnet, so ergibt sich ziemliche Uebereinstimmung. Offenbar war die Substanz nicht genügend getrocknet. Sie wurde deshalb im Trockenschrank bei 90° 6 Stunden lang getrocknet. Eine Zersetzung war bei dieser Temperatur kaum zu befürchten. Der Schmelzpunkt lag jetzt bei 214°.

	0,1677, 0,1680 g Subst.:	0,4085, 0,4090 g CO ₂ ;	0,0921, 0,0921 g H ₂ O	
				Gef. C: 66,45, 66,42 %; H: 6,15 6,13 %
C ₂₀ H ₂₂ O ₆	Ber. »	67,01 %;		» 6,19 %

Die Analyse gibt jetzt befriedigende Uebereinstimmung mit der Dibenzalverbindung des Sorbits.

Zur Ergänzung dieser Analysenresultate wurde im weiteren die Oxydation mit Chromsäure, wie sie unter andern von *Fellenberg*¹³⁾ zur Bestimmung von organischen Stoffen vorgeschlagen hat, herangezogen. Zu diesem Zwecke wurden 10—20 mg der Substanz mit 25 cm³ konz. Schwefelsäure und 10 cm³ $\frac{n}{2}$ K₂Cr₂O₇ in Reaktion gebracht. Die feingepulverte Substanz wurde erst in einem Teil der Schwefelsäure gelöst, dann die Bichromatlösung und endlich der Rest der Säure zugegeben. Nach halbstündigem Stehen wurde in einen Literkolben gespült und mit ca. 300 cm³ Leitungswasser verdünnt. Nach Zugabe von Jodkalium wurde wie üblich mit $\frac{n}{10}$ Thiosulfat titriert.

Wie vorauszusehen war, wird der Dibenzalsorbit durch Chromsäure vollständig verbrannt:

	12,2, 13,7 mg Subst. verbrauchten	29,50, 33,40 cm ³	$\frac{n}{10}$ K ₂ Cr ₂ O ₇	
		Gef. 2,42, 2,44 cm ³	}	$\frac{n}{10}$ K ₂ Cr ₂ O ₇ pro mg Subst.
Monobenzalsorbit		Ber. 2,15 cm ³		
Dibenzalsorbit		2,51 cm ³		
Tribenzalsorbit		2,73 cm ³		

Es ergibt sich somit befriedigende Uebereinstimmung mit der früher angeführten Elementaranalyse, es liegt zweifellos die Dibenzalverbindung des Sorbites vor.

Danach kann die Chromsäureoxydation, in manchen Fällen sehr wohl an Stelle der Elementaranalyse zur Identifizierung von organischen Stoffen angewandt werden, besonders da sie schnell ausführbar ist und nur geringe Substanzmengen erfordert.

Wie schon oben mitgeteilt, war bei der Behandlung des Sorbit-Benzaldehydniederschlags mit kochendem Wasser ein geringer Teil (etwa 10 % des Ausgangsmaterials) ungelöst als hellgraues Pulver zurückgeblieben. Es war nun von Interesse, zu untersuchen, ob dieser Rückstand tatsächlich, wie *Meunier* angibt, ebenfalls die Zusammensetzung einer Sorbit-Dibenzalverbindung aufweist.

Das getrocknete Produkt wurde zur Reinigung in Chloroform, worin es im Gegensatz zur wasserlöslichen Komponente äusserst leicht löslich ist, aufgelöst. Durch Zugabe von ca. der dreifachen Menge Alkohol zur heissen Chloroformlösung fiel die Verbindung sofort als dicker, gallertiger Niederschlag aus. Nach dem Trocknen erhielt man ca. 0,3 g eines weissen, amorphen Pulvers vom Schmelzpunkt 174—180°. Diese Verbindung löst sich leicht in Chloroform, Benzol und Essigester, etwas schwerer in Aceton, ziemlich schwer in Alkohol und fast gar nicht in Aether. Zum Umlösen eignet sich am besten Alkohol oder Aceton, aus welchen Lösungsmitteln die Substanz beim Erkalten stets als Gallerte ausfällt. Beim Eindunsten der Chloroformlösung dagegen werden *Kristalle*

¹³⁾ Diese Mitt., 18, 290 (1927).

¹⁴⁾ Recueil des travaux chim. des Pays-Bas, 19, 178 (1900).

in Form feiner, spiessiger, zu Büscheln vereinigter Nadeln erhalten; diese schmelzen etwas höher als die amorphe Form, nämlich bei 184°.

Elementaranalyse:

	0,1526 g Subst.:	0,4061 g CO ₂ ;	0,0812 g H ₂ O	
				Gef. C: 72,60 %; H: 5,95 %
Monobenzalsorbit . . .	C ₁₃ H ₁₈ O ₆			Ber. » 57,76 %; » 6,71 %
Dibenzalsorbit . . .	C ₂₀ H ₂₂ O ₆			» 67,01 %; » 6,19 %
Tribenzalsorbit . . .	C ₂₇ H ₂₆ O ₆			» 72,62 %; » 5,87 %

Chromsäureoxydation:

	14,0, 13,8 mg Subst. verbrauchten	38,10, 38,10 cm ³	$\frac{n}{10}$ K ₂ Cr ₂ O ₇
		Gef. 2,72, 2,76 cm ³	} $\frac{n}{10}$ K ₂ Cr ₂ O ₇ pro mg Subst.
Monobenzalsorbit . . .		Ber. 2,15 cm ³	
Dibenzalsorbit . . .		2,51 cm ³	
Tribenzalsorbit . . .		2,73 cm ³	

Aus diesen Analysenzahlen geht hervor, dass es sich bei dieser Substanz um *Tribenzalsorbit* handelt. Meines Wissens ist nie auf die Anwesenheit der Tribenzal-Verbindung im Sorbit-Benzaldehydniederschlag, wie er beim Obstweinnachweis erhalten wird, hingewiesen worden. Die Durchsicht der Literatur ergab, dass diese Verbindung erstmals von *Alberda van Ekenstein* und *Lobry de Bruyn*¹⁴⁾ bei der Kondensation von Sorbit und Benzaldehyd mit Hilfe von Salzsäure erhalten wurde. Diese Autoren beschreiben den Tribenzalsorbit als eine Substanz vom Schmelzpunkt 185°, die in Aceton viel schwerer löslich ist als die entsprechende Mono- oder Dibenzalverbindung. Ueber weitere Eigenschaften, insbesondere Kristallisationsfähigkeit usw. wird nichts angegeben.

Um zu kontrollieren, ob diese Verbindung mit dem von mir dargestellten Produkt identisch sei, wurde etwas von der Verbindung genau nach den Angaben von *Alberda van Ekenstein* und *Lobry de Bruyn* dargestellt. 0,5 g Sorbit, 1 cm³ Benzaldehyd und 1,5 cm³ konz. Salzsäure wurden eine Viertelstunde lang zusammen auf dem Wasserbade erhitzt. Nach einigem Stehen bei Zimmertemperatur wurde mit Wasser versetzt, filtriert und nacheinander mit Wasser, Alkohol, Aether und Aceton gewaschen. Aus Chloroform-Alkohol umkristallisiert, erhielt man ein weisses, amorphes Pulver vom Schmelzpunkt 184—187°, das im übrigen genau dieselben Eigenschaften zeigte, wie die von mir aus Obstwein erhaltene Tribenzalverbindung. Der Mischschmelzpunkt lag bei 185°, so dass kein Zweifel an der Identität dieser zwei Substanzen sein konnte.

Wie aus obigen Versuchen hervorgeht, konnte aus dem aus Obstwein erhaltenen Sorbit-Benzaldehydniederschlag neben Dibenzalsorbit auch Tribenzalsorbit nachgewiesen werden. Um zu untersuchen, ob es sich dabei nur um eine einmalige zufällige Bildung der Tribenzalverbindung handelte, oder ob regelmässig mit dem Auftreten dieser Substanz zu

rechnen ist, wurde der ganze Versuch wiederholt. An Stelle der etwas umständlichen Behandlung mit kochendem Wasser wurde die Trennung diesmal mit Chloroform vorgenommen. Da die Löslichkeitsunterschiede des Tri- und Dibenzalsorbites in diesem Lösungsmittel sehr gross sind, war die Trennung leicht auszuführen.

Zu diesem Zwecke wurde das mit Alkohol und Aether gewaschene Rohprodukt (5,7 g aus 1000 cm³ Obstwein; Fp. 165—167°) in der Wärme mit 60 cm³ Chloroform behandelt. Ein grosser Teil der Dibenzalverbindung blieb dabei ungelöst, während die gesamte Tribenzalverbindung und geringe Mengen Dibenzalsorbit in Lösung gingen. Das Filtrat wurde nun wiederholt eingeengt und von der jedesmal abgeschiedenen Gallerte abfiltriert. Nach dem Eindunsten der Chloroform-Mutterlauge bis auf 10 cm³ erfolgte keine Abscheidung mehr. Nun wurde mit der dreifachen Menge Alkohol versetzt, wodurch die Tribenzalverbindung als dicke Gallerte abgeschieden wurde. Nach nochmaligem Umlösen aus Chloroform-Alkohol erhielt man ein weisses, amorphes Pulver vom Schmelzpunkt 175—178°. Es war vollständig unlöslich in kochendem Wasser und zeigte auch sonst genau dieselben Eigenschaften wie der im ersten Versuch erhaltene Tribenzalsorbit.

Elementaranalyse:

	0,1572 g Subst.:	0,4177 g CO ₂ ;	0,0850 g H ₂ O
		Gef. C: 72,49 %;	H: 6,05 %
Tribenzalsorbit C ₂₇ H ₂₆ O ₆	Ber.	» 72,62 %;	» 5,87 %

Chromsäureoxydation:

13,6, 14,2 mg Subst. verbrauchten	36,28, 37,96 cm ³	$\frac{n}{10}$ K ₂ Cr ₂ O ₇
	Gef. 2,67, 2,67 cm ³	} $\frac{n}{10}$ K ₂ Cr ₂ O ₇ pro mg Subst.
Tribenzalsorbit	Ber. 2,73 cm ³	

Die Analysenzahlen bestätigen somit, dass es sich bei dieser Verbindung um die Tribenzalverbindung des Sorbites handelt.

Die Dibenzalverbindung, die bei der Behandlung mit Chloroform zum grössten Teil ungelöst zurückgeblieben war, wurde mehrere Male aus Chloroform umgelöst. Man erhielt ein weisses, amorphes Pulver, das genau dieselben Eigenschaften wie der im ersten Versuch erhaltene Dibenzalsorbit aufwies, abgesehen vom Schmelzpunkt, der diesmal bedeutend tiefer, nämlich bei 167—169° gefunden wurde.

Elementaranalyse:

	0,1619, 0,1656 g Subst.:	0,3953, 0,4041 g CO ₂ ;	0,0890, 0,0910 g H ₂ O
		Gef. C: 66,61, 66,57 %;	H: 6,15, 6,15 %
Dibenzalsorbit C ₂₀ H ₂₂ O ₆	Ber.	» 67,01 %	» 6,19 %

Chromsäureoxydation:

13,9, 13,5 mg Subst. verbrauchten	34,30, 33,70 cm ³	$\frac{n}{10}$ K ₂ Cr ₂ O ₇
	Gef. 2,47, 2,50 cm ³	} $\frac{n}{10}$ K ₂ Cr ₂ O ₇ pro mg Subst.
Dibenzalsorbit	Ber. 2,51 cm ³	

Diese Zahlen zeigen, dass die Dibenzalverbindung des Sorbites vorliegt.

Bemerkenswert ist die grosse Differenz der Schmelzpunkte der vorliegenden und der im ersten Versuch erhaltenen Dibenzalverbindung (168 und 214°!), obschon doch beide Substanzen analysenrein und vollkommen trocken waren. Aber auch bei ein und derselben Substanz konnte ich ganz merkwürdige «Schmelzpunkts-Sprünge» beobachten. So zeigte z. B. das zur obigen Analyse verwandte, bei 168° schmelzende Produkt nach zweiwöchentlichem ruhigem Liegen im CaCl₂-Exsikkator einen Schmelzpunkt von ca. 192°. Nun wurde es 1 Stunde lang im Trockenschrank auf 110° erhitzt und schmolz jetzt noch höher, nämlich bei 198°; nach 1-wöchentlichem Aufbewahren im Exsikkator ging der Schmelzpunkt jedoch wieder auf 171° zurück. Einmal wurde sogar bei einer aus Alkohol umkristallisierten Probe von Dibenzalsorbit ein Schmelzpunkt von 219° beobachtet! Es liegt auf der Hand, dass ein Produkt von derart inkonstantem Schmelzpunkt zur Identifikation des Sorbites nicht geeignet ist.

III.

Die vorliegende Untersuchung hat ergeben, dass der beim Obstweinnachweis nach dem Sorbitverfahren auftretende Sorbit-Benzaldehydniederschlag nicht nur aus Dibenzalsorbit besteht, sondern aus einem Gemisch von Di- und Tribenzalsorbit. Wir können somit weder die am Anfang dieser Arbeit erwähnten Angaben von *Meunier* noch diejenigen von *Kirchmayr* bestätigen. Es ist möglich, dass sich auch die Monobenzalverbindung¹⁵⁾ bildet, doch konnte diese im Sorbit-Benzaldehydniederschlag nicht nachgewiesen werden, da sie wasserlöslich ist und deshalb beim Versetzen des Reaktionsproduktes mit Wasser entfernt wird.

Je nach den Versuchsbedingungen wird das Verhältnis der jeweils entstehenden Di- und Tribenzalverbindung etwas schwanken, doch wird der Dibenzalsorbit stets die Hauptmenge bilden. Bei unseren Versuchen bestanden 10 resp. 20 % des Gesamtniederschlages aus der Tribenzalverbindung.

Dass ein solches Gemenge keinen konstanten, zur Identifikation des Sorbites brauchbaren Schmelzpunkt zeigen wird, kann nicht verwundern. Man könnte nun allerdings die Tribenzalverbindung entfernen, z. B. mit Hilfe von Chloroform, so dass die reine Dibenzalverbindung zurückbleibt. Doch zeigt auch diese keinen scharfen Schmelzpunkt; wie wir oben gesehen haben, kann er zwischen 160 bis 220° schwanken! Dies deutet darauf hin, dass auch jetzt noch keine einheitliche Verbindung

¹⁵⁾ Von *Meunier* zuerst dargestellt: Ann. chim. phys., (6), **22**, 412 (1891).

vorliegt. Es beruht dies vermutlich darauf, dass ein Gemisch von Isomeren vorhanden ist. Theoretisch kann ja der Dibenzalsorbit, je nach der Stelle, an welcher der Benzaldehydrest in das Sorbitmolekül eintritt, in nicht weniger als 15 isomeren Formen auftreten. Diese Isomeren können jedoch schwer voneinander getrennt werden, da sie nicht kristallisiert, sondern stets nur in amorpher Form erhalten werden.

Aus diesen Angaben geht zur Genüge hervor, dass der Schmelzpunkt dieses Produktes als Identifikationsmerkmal für den Sorbit nicht herangezogen werden kann. Als vorläufiger Nachweis kann die für den Dibenzalsorbit ziemlich typische gallertige Art der Abscheidung aus Chloroform und ähnlichen Lösungsmitteln dienen. Zur exakten Identifizierung ist jedoch die Ueberführung in die Hexaacetylverbindung oder in ein sonstiges, gut kristallisierendes Derivat nicht zu umgehen.

Zusammenfassung.

1. Es wird auf die widersprechenden Angaben in der Literatur über den Schmelzpunkt und die Zusammensetzung des Dibenzalsorbites resp. der beim Obstweinnachweis nach dem Sorbitverfahren entstehenden Sorbit-Benzaldehydverbindung hingewiesen.

2. Es wird festgestellt, dass dieser Sorbit-Benzaldehydniederschlag nicht einheitlich ist, sondern aus einem Gemisch von Di- und Tribenzalsorbit besteht. Diese zwei Körper lassen sich durch Behandeln mit kochendem Wasser, in welchem nur die Dibenzalverbindung löslich ist, trennen. Die Trennung kann auch auf Grund der verschiedenen Löslichkeit in Chloroform — die Tribenzalverbindung ist viel leichter löslich — erfolgen.

3. Da dieses Gemisch keinen konstanten Schmelzpunkt zeigen kann, ist dessen Heranziehung als Identifikationsmerkmal für den Sorbit nicht statthaft. Die Ueberführung in die Acetylverbindung oder in ein sonstiges gut kristallisierendes Derivat ist nicht zu umgehen.