braune Flüssigkeit, welche nur Zellulose und Fett als unlösliche Stoffe enthält, auf gewöhnliche Temperatur ab und filtriert sie sodann durch ein benetztes, entfettetes Saugfilter. Der Rückstand wird mit kaltem Wasser ausgewaschen. Filter und Niederschlag werden dann 1 Stunde bei 100° bis 110° getrocknet. Die getrocknete Substanz lässt sich hierauf sehr leicht grösstenteils vom Papier entfernen und wird in einem Mörser mit etwas ausgeglühtem Sand zu Pulver verrieben. Schliesslich wird dieses Pulver zusammen mit dem in kleine Stückchen zerschnittenen Filter in einer entfetteten Papierhülse mittels Petroläthers, Äthers oder Tetrachlorkohlenstoffs extrahiert.

Zur Extraktion bedient sich der Verfasser eines neuen, im Original abgebildeten Apparates, bei welchem die Papierhülse mit der zu extrahierenden Masse mittels Ösen und Fäden in beliebiger Höhe aufgehängt werden kann. Behufs Beschleunigung der Extraktion soll man die Hülse mit Hilfe dieser Vorrichtung anfangs direkt in die siedende Extraktionsflüssigkeit eintauchen lassen.

Zur Entscheidung der Frage, ob bei Herstellung des Brotes Milchl-fett — sei es in Form von Vollmilch, Magermilch oder Butter — verwendet wurde, bestimmt man die Reichert-Meissl'sche Zahl des extrahierten Fettes. Hierbei ist zu berücksichtigen, dass Weizenmehlfett nach Berntrop eine Reichert-Meissl'sche Zahl von 1,8 aufweist. Ferner darf man nicht vergessen, dass das extrahierte Fett stets das gesamte Weizenmehlfett beigemischt enthält. Seine Reichert-Meissl'sche Zahl muss deshalb auch bei erheblicher Mitverwendung von Milchl-fett hinter den üblichen Werten für Butter zurückbleiben. Ihre Höhe hängt von Menge und Fettgehalt der benutzten Milch ab. Der Verfasser beobachtete Werte von 8,7 bis 16,6, bei Magermilchbrotten auch noch niedrigere (4,1).

Die quantitative Bestimmung der Bernsteinsäure im Wein gründet R. Kunz¹⁾ auf ihr Verhalten zu Kaliumpermanganat in schwefelsaurer Lösung. Sie bleibt unter den vorgeschriebenen Arbeitsbedingungen hierbei unverändert, während die anderen Säuren und Extraktivstoffe des Weines zerstört werden. Das Verfahren ist bei allen Weinen, die nicht mehr als 0,2 bis 0,3 g Zucker enthalten, anwendbar.

150 cc Wein werden auf dem Wasserbad auf 100 cc eingedampft und nach dem Erkalten mit 4 g (bei Rotweinen 5 g) gepulvertem

1) Zeitschrift f. Untersuch. d. Nahrungs- u. Genussmittel **6**, 721.

Baryumhydroxyd versetzt, welches man durch Umrühren möglichst zur Lösung bringt. Sodann fügt man noch 3 cc Chlorbaryumlösung (1:9) hinzu, bringt die Flüssigkeit samt dem Niederschlage in einen Messkolben, füllt wieder auf 150 cc auf und filtriert vom Niederschlage ab.

100 cc des Filtrates werden in einem Glaskolben am Rückflusskühler etwa 10 Minuten lang erhitzt, wobei zu beachten ist, dass anfänglich starkes, später nachlassendes Aufschäumen der Flüssigkeit eintritt. Nach dem Erkalten wird Kohlensäure eingeleitet. Den Inhalt des Kolbens bringt man in eine Porzellanschale¹⁾ und dampft auf dem Wasserbade bis zur Sirupdicke ein. Der Abdampfrückstand wird mit 20 cc Wasser aufgenommen und unter Umrühren mit 80 cc Alkohol von 95 Volumprozenten versetzt. Nach 1- bis 2stündigem Stehen wird der erhaltene Niederschlag mittels der Saugpumpe abfiltriert, mit Alkohol gut gewaschen und mit Hilfe eines Platinspatels und durch Abspritzen mit ein wenig heissem Wasser vom Filter zurück in die Schale gebracht. Der Niederschlag wird nun mit etwa 50 cc Wasser angerührt, mit 15 cc verdünnter Schwefelsäure (1:4) zersetzt und auf dem Wasserbade erhitzt.

In die heisse Lösung lässt man sodann, anfangs in kleineren, später in grösseren Mengen 5prozentige Permanganatlösung zufließen, bis die Flüssigkeit dunkelrot gefärbt erscheint und die Rotfärbung auch bei weiterem, 3 bis 5 Minuten langem Erwärmen auf dem Wasserbade unter öfterem Umrühren anhält. Das überschüssige Permanganat beseitigt man durch Zufügen von etwas Eisenvitriol und dampft die Flüssigkeit samt dem bei der Oxydation entstandenen Braunstein auf etwa 50 cc ein. Die so vorbereitete Flüssigkeit bringt man jetzt mit dem Braunstein in einen kleinen Äther-Perforations-Apparat und zieht sie mit reinem, mit Wasser gewaschenem, alkoholfreiem Äther aus.²⁾ Der Verfasser bedient sich des Apparates von G. Schacherl. Nach 14- bis 16-stündiger Extraktion destilliert man den Äther ab, löst den Extraktionsrückstand in wenig heissem Wasser, filtriert nach dem Erkalten durch ein kleines angefeuchtetes Filter in eine Platinschale und dampft auf dem Wasserbade zur Trockne ab.

1) Die an der Gefässwand des Kolbens etwa anhaftenden Anteile löst man durch Zusatz von 2-3 Tropfen Salzsäure.

2) Um während der Extraktion ein Emporkriechen der Bernsteinsäure an den Gefässwänden zu vermeiden, setzt man dem Äther in dem Extraktionskölbchen etwa 3 Tropfen Essigsäure zu.

Die so erhaltene Bernsteinsäure wird in Wasser gelöst und mit chlorfreier $\frac{1}{10}$ Normal-Natronlauge und Phenolphthalein genau aus- titriert. Da aber während der Extraktion Spuren von Schwefelsäure mit übergehen, andererseits auch geringe Mengen von Essigsäure zwischen den Kristallen zurückgehalten sein können, so ist es notwendig, eine eigentliche Bestimmung der Bernsteinsäure als Silbersalz vorzunehmen.

Zu diesem Zweck versetzt man die austitrierte Bernsteinsäure- lösung mit 20 bis 25 cc $\frac{1}{10}$ Normal-Silberlösung, bringt alles in einen Messkolben und füllt auf 100 cc auf. Nach kräftigem Umschütteln wird abfiltriert und in 50 cc Filtrat, wie bei der Chlorbestimmung nach Volhard, in salpetersaurer Lösung mit Eisenalaun und $\frac{1}{10}$ Normal- Rhodan ammoniumlösung der Silberüberschuss zurückgemessen. 1 cc ver- brauchter $\frac{1}{10}$ Normal-Silberlösung entspricht 0,005903 g Bernsteinsäure.

Der Verfasser untersuchte nach diesem Verfahren 25 Weinproben. Bei 14 derselben lag das Alkohol-Bernsteinsäureverhältnis zwischen 100 : 0,9 und 100 : 1,1. Als äusserste Grenzen wurden die Verhältnisse 100 : 0,74 und 100 : 1,35 gefunden. Bei der Vergärung von Zucker- lösung mit Reihefe wurde relativ weniger Bernsteinsäure produziert.

Die Methode, nach welcher Rau¹⁾ früher die Bernsteinsäure im Wein bestimmt hatte, lieferte dem Verfasser keine guten Ergebnisse.

Im Anschluss an Vorstehendes teilt Kunz mit, dass sich Äpfel- säure durch Natronhydrat bei 120 bis 130° C. vollständig in Fumar- säure überführen und auf Grund dieser Reaktion quantitativ im Wein bestimmen lässt. Das Verfahren will er demnächst näher beschreiben.

Zu seiner Milchsäurebestimmung²⁾ fügt Kunz ergänzend hinzu, dass man das Säuregemisch nach der Extraktion besser mit Baryumkarbonat, statt mit Baryumhydroxyd neutralisiert. Man vermeidet so sicher die Bildung alkohollöslicher Invertzucker-Baryt- Verbindungen.

Kunz nimmt schliesslich noch Bezug auf eine Arbeit von A. Partheil³⁾. Dieser hatte gefunden, dass Milchsäure bei der Destillation im Wasserdampfstrom unter den Versuchsbedingungen, die bei der Bestimmung der flüchtigen Säuren im Wein eingehalten werden, bereits merklich flüchtig ist. Destilliert man mit überhitztem Wasserdampf, so kann sie sogar quantitativ übergetrieben werden. Aus

1) Vergl. diese Zeitschrift **32**, 482.

2) Vergl. diese Zeitschrift **41**, 510.

3) Zeitschrift f. Untersuch. d. Nahrungs- u. Genussmittel **5**, 1053.

diesen Beobachtungen erwuchs das Bedürfnis, eine Methode zur Trennung von Essigsäure und Milchsäure aufzusuchen. Partheil gründete dieselbe auf die Beobachtung von Pelouze¹⁾, dass Milchsäure beim Erwärmen mit konzentrierter Schwefelsäure in Azetaldehyd, Wasser und Kohlenoxyd zerfällt

Das entstehende Kohlenoxydgas wird gasvolumetrisch bestimmt. Partheil fand auf diesem Wege in 3 Weinen folgende Werte, die sich augenscheinlich auf Grammen in 100 cc beziehen:

	I.	II.	III.
flüchtige Säuren . . .	0,174	0,120	0,108
davon Milchsäure . . .	0,041	0,030	0,049

R. Kunz²⁾ bemerkt zu dieser Arbeit, dass die Milchsäure durchaus nicht in so hohem Grade mit Wasserdämpfen flüchtig ist, wie Partheil es nach seinem Destillationsversuch mit reiner Milchsäure angibt. Vielleicht liegt die Ursache dieser Differenz in der Nichtberücksichtigung des Kohlensäuregehaltes der Destillate durch Partheil.

2. Auf Pharmazie bezügliche Methoden.

Von

H. Mühe.

Über die Wertbestimmung von Chinarinden berichtet E. Beuttner³⁾. Der Verfasser hat die bislang veröffentlichten Methoden zur Wertbestimmung der Chinarinden einer kritischen Prüfung unterzogen und empfiehlt auf Grund der bei seinen Versuchen erhaltenen Resultate folgendes Verfahren zur Untersuchung dieser Drogen: Man übergiesst in einer Arzneiflasche von 200 cc Inhalt 7 g der gepulverten Chinarinde mit 55 g Chloroform, fügt darauf 5 g Natronlauge (10 %) hinzu und schüttelt das Gemisch während dreier Stunden häufig und kräftig um; nun setzt man 85 g Äther und nach tüchtigem Umschütteln noch 3 g Tragantpulver und so viel Wasser (10—20 g) hinzu, dass sich das Rindenpulver bei kräftigem Schütteln zusammenballt. Das Äther-Chloroformgemisch giesst man alsdann sofort in ein Arzneiglas ab und durchschüttelt es

¹⁾ Liebig's Annalen der Chemie 53, 221.

²⁾ A. a. O., S. 728.

³⁾ Schweizer Wochenschr. f. Chem. u. Pharmac.; durch Zeitschrift d. allgem. österr. Apotheker Vereins 57, 733.