

torfer der Verdacht eines Zusatzes von Cocosfett gegeben ist, 200 g des Fettes in Arbeit zu nehmen.

Vor kurzem erschien eine Arbeit von J. Marcusson und H. Schilling<sup>1)</sup>, welche ebenfalls das Digitonin zur Ausfällung des Cholesterins und Phytosterins benutzen. Sie umgehen vollständig das vorherige Verseifen des Fettes und schütteln es ohne weiteres mit einer verdünnten alkoholischen Digitoninlösung aus. Die Digitoninsterine werden in gleicher Weise, wie ich es angegeben habe, mit Essigsäureanhydrid acetyliert, und nach dem Erkalten scheiden sich dann die Acetylsterine in Krystallen aus, während die Digitoninverbindung in Lösung bleibt. Die Krystalle werden in der üblichen Weise aus absolutem Alkohol umkrystallisiert und auf ihren Schmelzpunkt geprüft. Dieses Verfahren würde entschieden eine Vereinfachung bedeuten. Ich habe die Verseifung deshalb gewählt, weil durch das Digitonin nur die freien Sterine, nicht aber ihre Ester gefällt werden. Da aber die Möglichkeit besteht, daß sie auch zum größeren oder geringeren Teil als Ester vorkommen, so glaubte ich die Verseifung nicht umgehen zu dürfen, zumal ich als Fortsetzung der bisherigen Arbeit beabsichtige, den Gehalt an Cholesterin und Phytosterin in den einzelnen Fetten und Ölen quantitativ zu bestimmen und auch nachzuweisen, wieviel davon in freier und gebundener Form vorhanden ist.

Bei der Ausführung einiger Versuchsreihen hat mich Herr Dr. Opitz freundlichst unterstützt.

<sup>1)</sup> Chem.-Ztg. 1913, **37**, 1001.

## Nachträge zur Milchsäurebestimmung im Weine.

Von

**Theodor Roettgen.**

Mitteilung aus dem Technologischen Institut Hohenheim (Vorstand: Professor Dr. Karl Windisch).

[Eingegangen am 5. September 1913.]

### 1. Über das Verhalten der Milchsäure in dem analytisch hergestellten Weinextrakt.

Es wurde bei den Arbeiten über die Bestimmung der Milchsäure im Weinextrakte<sup>1)</sup> und die Bestimmung der Milchsäure im Weine<sup>2)</sup> in Aussicht gestellt, Erfahrungen, die weiter in dieser Hinsicht gesammelt würden, hier mitzuteilen; mit Folgendem soll dieses nun geschehen.

Vor allem war der Anlaß gegeben, etwaige Veränderungen des Milchsäuregehaltes im Weinextrakte nach unseren neuesten Erfahrungen über die Bestimmungen der flüchtigen Säuren<sup>3)</sup> und die Bestimmung der Milchsäure im Weine<sup>4)</sup> zu verfolgen.

<sup>1)</sup> Diese Zeitschrift 1908, **15**, 260.

<sup>2)</sup> Diese Zeitschrift 1912, **24**, 123.

<sup>3)</sup> Diese Zeitschrift 1911, **22**, 155—170.

<sup>4)</sup> Diese Zeitschrift 1912, **24**, 117—118.

Ergänzend zu den damaligen Versuchen mußte noch analytisch festgestellt werden, ob die flüchtigen Säuren im fertigen Extrakte im Sinne der amtlichen Anweisung entfernt sind. Nach unseren Versuchen über die indirekte Bestimmung der flüchtigen Säuren im Weine war die Annahme, daß dem so sei, berechtigt<sup>1)</sup>. Die Extrakte wurden mit ausgekochtem destilliertem Wasser gelöst und auf 50 ccm gebracht, dann der Destillation nach der amtlichen Vorschrift unterworfen.

		Versuch Nr. 1	2	3	4	5
Flüchtige Säuren (g in 100 ccm)	im Weine . . . . .	0,065	0,11	0,69	0,19	0,16
	„ Extrakt . . . . .	0,005	0,006	0,006	0,005	0,005

Die Ergebnisse bei den Weinen sind Durchschnittszahlen von je zwei Bestimmungen, während die Ergebnisse bei den Extrakten nur bei No. 1, 4 und 5 Durchschnittszahlen von je zwei Bestimmungen vorstellen; die Ergebnisse bei No. 2 und 3 sind dagegen aus dem Durchschnitte von je vier Bestimmungen gezogen. Es ist hiermit bewiesen, daß aus den Extrakten beim Trocknen die flüchtigen Säuren praktisch entfernt sind; selbst der Wein No. 3 hat seine flüchtigen Säuren beim Trocknen abgegeben.

Die Bestimmungen der Milchsäure in den Extrakten wurden nach dem Verfahren von Möslinger ausgeführt. Die Erkennung des Neutralisationspunktes ist bei diesen Extraktlösungen recht unbequem, zumal eine öftere Wiederabsättigung, der Anhydridbildung wegen, sich als nötig erwiesen hat.

No.	Bezeichnung	Milchsäure (g in 100 ccm)		No.	Bezeichnung	Milchsäure (g in 100 ccm)	
		im	im			im	im
		Weine	Extrakte			Weine	Extrakte
1	Rheinwein . . . . .	0,21	0,20	7	Muskateller . . . . .	0,11	0,11
2	Apfelwein . . . . .	0,54	0,54	8	Rheinwein . . . . .	0,10	0,09
3	Obstwein . . . . .	0,47	0,45	9	Honorarwein . . . . .	0,37	0,37
4	Schillerwein . . . . .	0,53	0,51	10	Birnenwein . . . . .	0,62	0,61
5	Honorarwein . . . . .	0,45	0,42	11	Markgräfler . . . . .	0,25	0,25
6	Traminer . . . . .	0,27	0,26				

Nach diesen Ergebnissen wäre es also möglich, die Milchsäure im Weinextrakte noch zu fassen. Ob dieses immer zutrifft, soll nicht behauptet werden, zumal bei einigen weiteren Versuchen, wie die nachfolgenden 3 Analysen zeigen, kleine Rückgänge bemerkt werden konnten. Immerhin ließen sich aus einer Milchsäurebestimmung in dem Weinextrakte noch gewisse Rückschlüsse auf den Milchsäuregehalt im Weine ziehen.

		Versuch No. 1	No. 2	No. 3
		Alsheimer	Kaltererseewein	Rotwein
Milchsäure (g in 100 ccm)	im Weine . . . . .	0,50	0,28	0,34
	im Extrakte . . . . .	0,42	0,24	0,29

## 2. Bestimmung der Milchsäure im Weine nach Kunz und Möslinger.

Ferner wurden die vergleichenden Milchsäurebestimmungen nach den Verfahren von Kunz und Möslinger fortgesetzt; die Ergebnisse sind in der nachstehenden

<sup>1)</sup> Diese Zeitschrift 1905, 9, 70–81.

Tabelle gegenübergestellt. Die ganze Versuchsreihe wurde nach dem abgeänderten Verfahren durchgeführt.

No.	Bezeichnung der Weine	Milchsäure (g in 100 ccm)		No.	Bezeichnung der Weine	Milchsäure (g in 100 ccm)	
		nach Möslinger	nach Kunz			nach Möslinger	nach Kunz
1	Muskateller . . .	0,11	0,10	9	Rhein Hess. Wein .	0,42	0,44
2	Rheinwein . . .	0,23	0,26	10	Weinberger . . .	0,41	0,44
3	Schwaigerer . . .	0,27	0,27	11	Honorarwein . . .	0,45	0,47
4	Kaltererseewein .	0,28	0,27	12	Württ. Landwein .	0,47	0,45
5	Tiroler Landwein .	0,28	0,28	13	Honorarwein . . .	0,49	0,47
6	Schillerwein . . .	0,32	0,31	14	Obstwein . . . . .	0,46	0,46
7	Erlaubacher . . .	0,34	0,35	15	Desgl. . . . .	0,47	0,45
8	Honorarwein . . .	0,39	0,41	16	Schillerwein . . .	0,55	0,53

Wiederum stellen die Möslinger'schen Zahlen den Durchschnitt dreier und die Kunz'schen Zahlen den Durchschnitt zweier Bestimmungen dar. Bei dieser Gelegenheit soll nochmals der gut arbeitenden Partheil'schen Apparate gedacht sein. Die Extraktion ist, wie damals in Vorschlag gebracht wurde, 24 Stunden geführt worden; bei zwei Weinen wurde der Gang der Extraktion bis 36 Stunden ausgedehnt. Die kleinen Zunahmen nach weiterer 12-stündiger Extraktion bewegen sich in den Grenzen der unvermeidlichen Versuchsfehler, geben daher keinen Anlaß, von der 24-stündigen Extraktionsdauer abzugehen.

		Rheinwein	Apfelwein	
Milchsäure nach Kunz (g in 100 ccm)	{ 24 Stdn. extrahiert . . . . .	0,26	0,52	0,53
	{ 36 „ „ . . . . .	0,28	0,54	0,54

Die kleinen Schwankungen in den Ergebnissen der beiden Verfahren sind als Versuchsfehler anzusprechen; es läßt sich aus ihnen kein Urteil zugunsten des einen oder anderen Verfahrens abgeben; die beiden Verfahren sind daher als gleich zuverlässig zu betrachten. Das Möslinger'sche Verfahren wird demjenigen nach Kunz meist vorgezogen werden, da sein Vorzug in der großen Zeitersparnis liegt.

## Colorimetrische Bestimmung von kleinen Mengen Mangan in Trinkwasser.

Von

L. Hartwig und H. Schellbach.

Mitteilung aus dem Nahrungsmittel-Untersuchungsamte der Stadt Halle a. S.

[Eingegangen am 16. September 1913.]

Die über dieses Thema kürzlich erschienenen Arbeiten von Fr. Haas<sup>1)</sup> und E. Schowalter<sup>2)</sup> veranlassen uns, eine von uns ausgearbeitete und im hiesigen

<sup>1)</sup> Diese Zeitschrift 1913, 25, 392.

<sup>2)</sup> Diese Zeitschrift 1913, 26, 104.