

b. Bestimmung näherer Bestandteile.

Einfache Methoden zum Nachweis und zur Bestimmung der Lävulose neben anderen Zuckerarten werden von E. Pinoff und K. Gude¹⁾ beschrieben.

Die bereits von Pinoff²⁾ angegebene Reaktion zum Nachweis der Lävulose in Gemischen mit anderen Zuckerarten mit Ammoniummolybdat kann leicht zu Trugschlüssen führen, besonders wenn Lävulose nur in geringer Menge gegenüber den anderen Zuckerarten vorhanden ist. Diese Unsicherheit lässt sich aber ausschalten, wenn man auf folgende Weise verfährt: 6 g fein gepulvertes Ammoniummolybdat werden in 5 ccm Wasser heiss gelöst; die auf 40° C. abgekühlte Lösung wird zu 5 ccm der zu untersuchenden, Lävulose enthaltenden Flüssigkeit gefügt. Enthält die zu prüfende Lösung freie Säure, so muss sie vor Ausführung der Reaktion neutralisiert werden. Die angewandten 5 ccm dürfen höchstens 1 g und nicht weniger als 0,03 g Zucker enthalten. Man erhitzt nun 15 Minuten lang im Wasserbade auf 40° C., worauf Blaufärbung eintritt, falls Lävulose zugegen ist.

Zu einer quantitativen kolorimetrischen Methode lässt sich diese Ammoniummolybdat-Reaktion jedoch nicht verwenden, da die Intensität der Blaufärbung nicht im genau gleichen Verhältnis zu den vorhandenen Mengen Lävulose wächst; bei geringen Mengen Lävulose ist die Färbung geringer, bei grösseren Mengen bedeutend stärker als berechnet.

Dagegen gelang es, die von Herzfeld und Niederschlag³⁾ angegebene Diphenylaminreaktion zur Erkennung des Rohrzuckers zu einer quantitativen, spektralanalytischen Methode zum Nachweis der Lävulose auszuarbeiten.

Fügt man zu einer Lävulose enthaltenden Lösung ein Alkohol-Schwefelsäuregemisch und Diphenylamin, so entsteht beim Erhitzen auf dem Wasserbade zunächst eine rote Färbung, welche nach kurzer Zeit in ein schönes Dunkelblau übergeht. Im Spektralapparat beobachtet man ein breites Absorptionsband von der Wellenlänge $\mu = 500-550$, während der rote Teil des Spektrums abgedeckt ist. Die Intensität der Blaufärbung ist abhängig von den angewandten Mengen Lävulose. Das Reaktionsprodukt ist ein Farbstoff, der leicht aus der Lösung durch Wasser ausgeschieden werden kann und nach dem Wieder-

1) Chemiker-Zeitung **38**, 625.

2) Vergl. diese Zeitschrift **49**, 316 (1910).

3) Zeitschrift d. Ver. f. Rübenzuckerind. **37**, 422.

auflösen in Alkohol das Absorptionsband in unveränderter Weise zeigt; er ist dem Diphenylaminblau sehr ähnlich, aber nicht mit diesem identisch. Die Ausführung geschieht in der Weise, dass man 2,5 *ccm* lävulosehaltige Lösung, 2,5 *ccm* 96-prozentigen Alkohol, 10 *ccm* Alkohol-Schwefelsäure-Gemisch (750 *ccm* 96-prozentigen Alkohol und 200 *ccm* konzentrierte Schwefelsäure vom spezifischen Gewicht 1,84) und 0,1 *g* Diphenylamin 15 Minuten am Rückflusskühler auf 70° C. erhitzt, hierauf noch weitere 3 Minuten, vom Sieden des Alkohols an gerechnet, im Kochen erhält und dann sofort abkühlt. Die blaue Lösung giesst man in ein Hehner'sches Kolorimetergefäss und fügt so viel Alkohol hinzu, bis die Lösung hellblau ist und gerade noch im Spektralapparat das Absorptionsband erkennen lässt. Multipliziert man nun den Verdünnungsgrad $+1$, das heisst die Zahl, welche angibt, wieviel mal man die lävulosehaltige Lösung nach Beendigung der Reaktion mit Alkohol verdünnen musste, vermehrt um 1, mit 0,036, so erhält man prozentisch die in der ursprünglichen Lösung enthaltene Menge Lävulose. Der Zuckergehalt soll möglichst 10% nicht übersteigen, keinesfalls darf die Lösung mehr als 20% enthalten, weil eine 25-prozentige Dextrolösung eine Blaufärbung ergibt, welche ihrer Intensität nach 0,1% Lävulose entspricht. Die Zahl 0,036 bedeutet die Prozente Lävulose, welche unter Einhaltung obiger Vorschrift gerade noch nachgewiesen werden können; das heisst, es sind in 2,5 *ccm* angewandter Lösung $0,00036 \times 2,5 = 0,0009$ *g* Lävulose enthalten. Die Reaktion ist sehr empfindlich, indem sie, wie eben erwähnt, noch den Nachweis von 0,036% Lävulose in einer wässrigen Lösung gestattet. Wegen der grossen Empfindlichkeit der Diphenylaminreaktion wird es vorteilhaft sein, eine ungefähr einprozentige Zuckerlösung zu verwenden.

IV. Spezielle analytische Methoden.

1. Auf Lebensmittel, Gesundheitspflege, Handel, Industrie und Landwirtschaft bezügliche.

Von

L. Grünhut.

Nachweis und Bestimmung der Zitronensäure, insbesondere im Wein. Zu der Arbeit von W. Fresenius und L. Grünhut¹⁾, in

¹⁾ Diese Zeitschrift 52, 31 (1913).