

keit aller hier ausgeführten Rechnungen leicht zu beurtheilen.

Die Herstellung eines solchen würfelförmlichen Körpers ist sehr einfach und geschieht am besten durch Bekleben eines Holz- oder Pappkästchens mit Papier und Auftragen der Inschriften darauf nach nebeneinstehender Zeichnung. Diese Vorrichtung wird sich wohl nicht nur zum Unterrichte eignen, sondern auch allen denen von Nutzen sein können, die sich nicht täglich mit den durch sie zu erläuternden Beziehungen zu beschäftigen haben und sie sich doch gelegentlich ins Gedächtniss zurückzurufen wünschen.

Die Gewinnung des Cholesterins und Phytosterins aus Thier- und Pflanzenfetten.

Von

Ed. von Raumer.

Mittheilung aus der Kgl. Untersuchungsanstalt für Nahrungs- und Genussmittel Erlangen.

Die bisher üblichen Methoden zur Gewinnung von Cholesterin und Phytosterin aus Thier- und Pflanzenfetten gründen sich auf das von Salkowski angegebene Verfahren, die Ausschüttelung der wässrigen Seifenlösung mittels Äthers. A. Bömer erwähnte nun mit Recht in seiner interessanten Arbeit „Beiträge zur Analyse der Fette“ (Ztschr. f. Unters. d. Nahr. u. Genussmittel 1898, 31), dass die Schwierigkeit der Ausschüttelung der hauptsächlichste Grund war, weshalb die Salkowski'sche Methode nur wenig angewendet wurde. Auch in unserem Laboratorium kamen wir vor etlichen Jahren nicht über einige missglückte Versuche hinaus und da der Werth des Nachweises von Cholesterin und Phytosterin viefach angezweifelt wurde, stellten wir unsere Versuche damals völlig ein.

Durch die oben erwähnte Arbeit von Bömer wurden wir veranlasst, von Neuem der Gewinnung von Phytosterin und Cholesterin unsere Aufmerksamkeit zuzuwenden. Die von Bömer vorgeschlagene Methode liefert nun zwar sehr gute Resultate ohne unverhältnissmässigen Aufwand an Zeit, jedoch ist die Menge des verwendeten Äthers eine unangenehm grosse. Es werden verwendet zur ersten Ausschüttelung 500 cc Äther und dann noch zwei bis dreimal je 250 bis 200 cc und bei der schliesslichen Reingewinnung nochmals 80 bis 100 cc Äther, insgesammt also 1200 bis 1350 cc Äther.

Das Arbeiten mit solchen Mengen Äther hat immerhin seine Unannehmlichkeiten, be-

sonders wenn mehrere Fette gleichzeitig zu untersuchen sind. Es würden z.B. bei 6 Fetten bereits 6 bis 8 l Äther zur Arbeit nötig sein, was bei der Feuergefährlichkeit entschieden nicht angenehm ist.

Ich suchte daher mit weniger Äther auszukommen und schlug hierbei folgenden Weg ein.

50 g Fett wurden in einem Glaskolben mit 100 cc Meissel'scher Kalilauge verseift, die Seifenlösung sofort nach der Verseifung in eine grosse Porzellanschale gegossen und der Kolben noch 3 mal mit je 10 cc Alkohol nachgeschwenkt.

Die Seife wurde in der Schale auf dem Wasserbade zur Trockne verdampft und mittels Nickelspatel und Pistill zu einer staubförmigen Masse zerrieben. Hierauf wurde die trockene noch warme Seife in einen geräumigen Soxhlet'schen Extraktionsapparat gefüllt, welcher am unteren Ende mittels eines entfetteten Wattebausches geschlossen war. Auf die Oberfläche der eingefüllten Seife wurde ebenfalls ein Wattebausch gegeben und dann mittels Äthers am Kugelkühler die Seife extrahirt. Es genügen hierzu 50 bis 75 cc Äther.

Nach dem Verjagen des Äthers wurde der Rückstand mit 10 cc Kötter'scher Lauge aufs Neue verseift, in einem kleinen Schälchen mit gereinigtem Sand zur Trockne verdampft und die Masse in eine kleine Papierpatrone gefüllt und wiederum in einem kleinen Soxhlet'schen Extraktionsapparat 2 Stunden extrahirt.

Es wurden zuerst 66,8 g Baumwollsamenoöl auf diese Weise behandelt und 12 Stunden die Seife mit Äther extrahirt. Das gewonnene Rohphytosterin wog 0,5290 g, also auf 100 g Öl 0,7919 g berechnet.

Darauf wurde Sesamöl in gleicher Weise behandelt, jedoch nur $1\frac{1}{2}$ Stunden extrahirt und nach der zweiten Verseifung nochmals eine Stunde extrahirt. Es wurden in zwei Proben erhalten auf 100 Fett berechnet 1,3066 g und 1,3040 g. Bei weiterer Extraction innerhalb zweier Stunden wurde noch 0,0055 g und 0,0092 g erhalten, somit insgesammt 1,3176 und 1,3224 g Rohphytosterin.

Aus weiteren drei Proben Sesamöl wurden nach zweistündiger Extraction und einstündiger zweiter Extraction 1,3146 — 1,3256 und 1,3246 g Phytosterin gewonnen.

Aus zwei Proben Schweinefett wurden nach 2 stündigem Extrahiren 0,2176 und 0,2030 g Rohcholesterin gewonnen.

Bei No. 6 wurde das gewonnene Rohphytosterin sofort nach der ersten Extraction gewogen und 1,3660 g Phytosterin gefunden,

No.	Angewandte Substanz	in g	Rohphyto- und -cholesterin			Schmelzpunkt d. gereinigten Substanz
			gewogene Mengen Phyto- u. Cholesterin g	nach weiteren 2 Stunden g	auf 100 g Fett berechnet g	
1.	Baumwollssamenöl	66,8	0,5290 nach 12 Std.	kein Phytosterin	0,7919	137,5 bis 138,0°
2.	Sesamöl	50	0,6533 - 1½ -	0,0055	1,3176	—
3.	-	50	0,6520 - 1½ -	0,0092	1,3224	—
4.	-	50	0,6573 - 2 -	—	1,3146	—
5.	-	50	0,6628 - 2 -	—	1,3256	—
6.	-	50	0,6623 - 2 -	—	1,3246	—
7.	Schweinefett das-	50	0,1088 - 2 -	—	0,2176	146,5 bis 147,0°
8.	- selbe	50	0,1015 - 2 -	—	0,2030	146,5 - 147,0°
9.	Schweinefett	50	nicht gewogen im Scheidetrichter	—	—	147,5 - 148,0°
10.	Sesamöl	50	kalt extrahirt	nach wiederholter Verseifung im Soxhlet	auf 100 g Öl berechnet	—
			1,3510	1,2653		

während nach der zweiten Extraction nach nochmaligem Verseifen 1,3246 g gefunden wurden.

Es dürfte somit bei sorgfältigem Arbeiten die nochmalige Verseifung des ersten Extractes und nochmalige Extraction überflüssig erscheinen, da die Differenz keine nennenswerthe ist.

Bei Probe 10 wurde die trocken zerriebene Seife von Sesamöl in einen Scheidetrichter gefüllt, der ebenfalls mit einem Wattebausch unten abgeschlossen war. Es wurden 100 cc Äther über die Seife gegossen und nach ½ stündigem Stehen die ätherische Lösung in einen kleinen Kolben abgelassen. Darauf wurde noch zweimal mit je 100 cc Äther die Seife übergossen und beide Lösungen zu der ersten gegeben. Der Äther wurde verjagt, der Rückstand wieder verseift und mit Äther im Soxhlet extrahirt. Es wurden auf diese Weise aus demselben Sesamöl 1,2653 g Rohphytosterin gewonnen. Direct nach dem Ablaufen aus dem Scheidetrichter vor nochmaligem Verseifen wurden 1,3510 g Rohphytosterin gewogen.

Aus diesen Resultaten ist ersichtlich, dass sich das Phytosterin und Cholesterin aus der trocknen Seife, sowohl direct im Scheidetrichter als auch mittels des Soxhlet'schen Extractionsapparates, glatt gewinnen lässt ohne Verwendung grösserer Äthermengen, und dass nach dieser Methode eine zweite Verseifung überhaupt nicht nöthig erscheint, da bei sorgfältigem Arbeiten bereits nach der ersten Verseifung genügend genaue Resultate erzielt werden.

Die so gewonnenen Rohphyto- und Cholesterine wurden wiederholt aus Alkohol umkrystallisiert und auf diese Weise tadellos reine Präparate erhalten, deren Krystallisationsformen sowohl als auch Schmelzpunkte, soweit letztere bestimmt wurden, mit den bisher gefundenen übereinstimmen. Für die aus Sesamöl gewonnenen Phytosterine jedoch erhielt ich nach unten abweichende Schmelz-

punkte, worüber ich später gesondert berichten werde.

Auf diese Weise ist es möglich, innerhalb eines Tages mit Leichtigkeit die Rohcholesterine von etwa 6 Schweinefetten zu gewinnen, deren Schmelzpunkte dann nach dem Umkristallisiren aus Alkohol bestimmt werden können.

Inwieweit die Bestimmung der Krystallformen und Schmelzpunkte bei Mischprodukten zur Beurtheilung von Schweinefetten herangezogen werden können, muss durch weitere Erfahrungen festgestellt werden; jedenfalls scheint diese Methode neben der Bestimmung der directen und Ölsäurejodzahlen nach meiner Ansicht einen entschiedenen Fortschritt in der exacten Untersuchung der Schweinefette zu bedeuten.

Elektrochemie.

Elektrolytische Herstellung leitender Niederschläge. Bei der Verwendung von Anoden aus Kohlen in solchen Elektrolyten, bei welchen Sauerstoff am positiven Pol auftritt, zeigt sich eine Zerstörung der Kohle. Neben der Disaggregation tritt eine Auflösung von Kohlenstoff ein. A. Coehn (D.R.P. No. 98 008) hat nun gefunden, dass aus einer so hergestellten Lösung Kohlenstoff und kohlenstoffhaltige Körper als leitende Überzüge auf der Kathode abscheidbar sind. Man kann also metallisch leitende Gegenstände, wie man sie bisher mit Metallen überzog, mit diesen Niederschlägen überziehen, z. B. zum Schutz vor atmosphärischen Einflüssen, zu decorativen Zwecken u. s. w.

Die Bedingungen für die Herstellung der Niederschläge sind ebenso wie diejenigen für die Herstellung von Metallniederschlägen abhängig von der Concentration der verwen-