

Zur Bestimmung des wahren Stärkegehaltes der Kartoffeln.

Von G. Baumert (Ref.) und H. Bode
unter Mitwirkung von A. Fest.

(Mittheilung aus dem Versuchslaboratorium
des Landwirthschaftlichen Institutes
der Universität Halle a. S.)

Alljährlich gelangen im hiesigen Laboratorium gegen 400 verschiedene, auf dem Versuchsfelde angebaute Kartoffelsorten zur Untersuchung. Letztere geschieht in der bekannten Weise durch Ermittlung des specifischen Gewichtes (nach Stohmann) und Entnahme des entsprechenden Trockensubstanz- und Stärkemehlgehaltes aus der Tabelle von Behrend, Maercker und Morgen: eine Methode, die wohl als technische Qualitätsprobe eine gewisse praktische Bedeutung besitzt, aber kein wissenschaftlich exactes Verfahren der Stärkemehlbestimmung ist¹⁾.

Als ein solches ist nun zwar die chemische, auf Überführung der Stärke in Dextrose beruhende Methode²⁾ anerkannt, sie ist aber zu zeitraubend und umständlich und giebt überdies nicht den wahren Stärkegehalt, sondern nur den Stärkerwerth, d. h. die Summe der löslichen und in Dextrose überführbaren Kohlehydrate an.

Die Bestimmung des Stärkerwerthes der Kartoffeln erfolgt im Laboratorium des Vereins der Stärkeinteressenten Deutschlands nach Saare³⁾, wie folgt:

a) Mit dem Hochdruckverfahren (Reinke): 3 g feingemahlener, lufttrockener Kartoffeln werden im Soxhlet'schen Dampftöpfe mit 25 ccm 1 procentiger Milchsäure und 30 ccm Wasser 2 $\frac{1}{2}$ Stunden auf 3,5 Atm. erhitzt, dann mit Wasser in einen 250 ccm-Kolben gespült, zur Marke aufgefüllt und filtrirt. Vom Filtrate werden 200 ccm mit 15 ccm Salzsäure (spec. Gew. 1,125) in einem Erlenmeyer'schen Kolben mit aufgesetztem Glasrohr im Wasserbade 2 $\frac{1}{2}$ Stunden invertirt. Nach dem Erkalten wird die Flüssigkeit annähernd mit Natronlauge neutralisirt und auf 250 ccm verdünnt.

b) Durch directe Inversion (Liebermann): 10 g der feingemahlenden Substanz werden im Erlenmeyer'schen Kolben, wie oben, mit 200 ccm Wasser und 15 ccm Salzsäure 2 $\frac{1}{2}$ Stunden im Wasserbade invertirt, annähernd mit Natronlauge neutralisirt und auf 1000 ccm aufgefüllt.

In 25 ccm der auf die eine oder andere Art erhaltenen Flüssigkeit wird die Dex-

trose in bekannter Weise mit Fehling'scher Lösung nach Allihn bestimmt.

Anstatt durch die fortschreitende Forschung vereinfacht zu werden, sind die üblichen, auf Invertirung der Stärke beruhenden Methoden in der Neuzeit noch mehr verumständlicht worden durch die jetzt unumgänglich erscheinende Rücksichtnahme auf die Pentosane⁴⁾, so dass es zur Erzielung eines dem wahren Stärkegehalte möglichst angenäherten Stärkerwerthes nach Lintner (l. c.) erforderlich ist, neben der Stärkerwerthbestimmung nach Sachsse⁵⁾ (directe Aufschliessung und Inversion) eine besondere Pentosanbestimmung nach Tollens' Phloroglucidverfahren⁶⁾ auszuführen und von dem Stärkerwerthe einen dem Pentosangehalte entsprechenden Betrag in Abrechnung zu bringen.

Bei dieser Sachlage tritt die schon öfter aufgeworfene Frage nach einer möglichst einfachen und dabei doch genügend genauen directen Stärkebestimmungsmethode immer unabweisbarer in den Vordergrund, so dass auch wir uns seit längerer Zeit veranlasst sahen, auf Grund älterer und neuerer Vorschläge in der angedeuteten Richtung Versuche anzustellen.

In dem vorliegenden Berichte hierüber beschränken wir uns auf eine kurze Wiedergabe unserer, die Bestimmung des wahren Stärkegehaltes von Kartoffeln betreffenden Beobachtungen, ohne natürlich Anspruch darauf zu machen, selbst in dieser Begrenzung den Gegenstand erschöpfend behandelt zu haben.

Die seither zur directen Stärkebestimmung gemachten Vorschläge laufen theils darauf hinaus, das „Stärkemehl“ als solches zur Wägung zu bringen, anderntheils, und zwar der Mehrzahl nach, stützen sie sich auf analytisch verwertbare Eigenschaften der „Stärkesubstanz“, d. h. des Hauptbestandtheils des Stärkemehles bez. der Stärkekörner⁷⁾.

Innerhalb dieses Rahmens sind weiterhin folgende, im Princip verschiedene Wege beschritten worden:

⁴⁾ C. J. Lintner, diese Zeitschrift 1898, 725.

⁵⁾ Chem. Centralblatt 1877, 732.

⁶⁾ Diese Zeitschrift 1896, 40 und 194.

⁷⁾ Der „Stärkestoff“, nach Nägeli aus Granulose und Amylocellulose, nach A. Meyer aus Amylose und Amylodextrin bestehend, ist bei Kartoffeln nach Syniewsky (Liebig's Annalen 309, 282) eine einheitliche Substanz (C₆H₁₀O₅), aus welcher die verschiedenen hydrolytischen Umwandlungsproducte theils durch Carbinol-, theils durch Carbonylhydrolyse entstehen.

¹⁾ Landwirth. Vers.-Stationen 24, 143 (1880).

²⁾ Maercker, Handbuch der Spiritusfabrikation. 7. Aufl. Berlin 1898.

³⁾ Saare, die Fabrikation der Kartoffelstärke, Berlin 1897. Seite 491.

1. Mechanische Isolirung des Stärkemehles.

Dieses kurz als „Stärkefabrikation im Kleinen“ zu bezeichnende Verfahren kommt, wenn es überhaupt angewendet wird, nur als technische Ausbeuteprobe (Rendementmethode) zur Ermittlung des gewinnbaren Antheils der Stärke in Frage⁸⁾.

Neuerdings hat aber M. Fischer⁹⁾, dem es bei seinen Untersuchungen auf Auswahl der Kartoffeln nach ihrem Stärkegehalt ankam, auf das Princip der directen Wägung des mechanisch isolirten Stärkemehles ein Verfahren gegründet, welches demjenigen bei der Auslese von Rüben nach Zuckergehalt nachgebildet ist.

Es besteht nämlich darin, dass aus einzelnen Kartoffelknollen, ohne sie für die Aussaat unbrauchbar zu machen, nach dem Keil-Dolle'schen Schnellbohrprincip ein Feinbrei hergestellt, aus diesem das Stärkemehl über einem Glaswollfilter ausgewaschen und nach dreimaliger Decantation auf einem gewogenen Filter gesammelt wird. Da aber nicht alle Stärke aus dem Brei auswaschbar ist, so muss die zur Wägung gelangte Stärkemehlmenge mit dem, von Fischer experimentell ermittelten, Factor 1,28 multiplicirt werden.

„Es ist dies — sagt der Autor l. c. 159 — das rohere, aber dabei immer ein viel genaueres und vor Allem auch die Individualität der Knolle und den besonderen Sortencharakter nach wirklichem Stärkegehalt ergebendes Verfahren im Vergleiche zu jeder Art von Berechnung der Stärke aus dem specifischen Gewichte der Knolle u. s. w.“

Das nach Fischer's Ansicht genauere Verfahren ist nur eine directe Inversion des Feinbreis mit nachfolgender Dextrosebestimmung und kommt deshalb hier nicht in Betracht; auch müsste dasselbe im Sinne des oben erwähnten Lintner'schen Vorschlages abgeändert werden.

Da dieses Verfahren zur Untersuchung einzelner Kartoffeln behufs deren Auswahl für züchterische Zwecke bestimmt ist, so lässt es sich nicht ohne Weiteres als Stärkebestimmungsmethode für Kartoffeln benutzen, weil hierbei von einer grösseren Durchschnittsprobe ihrer ganzen Menge nach zerkleinerter Kartoffeln auszugehen ist, die Bohrmaschine aber der einzelnen Knolle nur einen meist geringen Bruchtheil ihrer Masse entnimmt. Die Annahme nun, dass eine Summe solcher

Bruchtheile eine richtige Durchschnittsprobe darstelle, bezw. den wirklichen Durchschnittsgehalt der betreffenden Kartoffeln an Stärke enthalte, ist nach unseren Beobachtungen an, mit Hülfe von Korkbohrern hergestellten, Bohrkernen zum mindesten zweifelhaft, selbst wenn man die Knollen in der von Fischer vorgeschriebenen Richtung durchbohrt.

Dazu kommt, dass der von der Bohrmaschine gelieferte Feinbrei das Stärkemehl nicht im vollständig auswaschbaren freien Zustande enthält, so dass eine Correctur erforderlich wird, und die dreimalige Decantation mit je 1 l Wasser nach 3, 2 und 1stündigem Absetzen ein bei Massenuntersuchungen, räumlich wie zeitlich, recht fühlbarer Übelstand ist.

Soweit also das Fischer'sche Verfahren die directe gewichtsanalytische Bestimmung des Stärkemehles bezweckt, leidet es an dem gleichen Fehler, wie die oben erwähnte Rendementmethode.

Erwies sich somit das Fischer'sche Verfahren für unsere Zwecke unmittelbar nicht geeignet, so erschien uns doch der Gedanke: die Stärke direct in einem aus den frischen Kartoffeln hergestellten Feinbrei zu bestimmen, schon deshalb beachtenswerth, weil dadurch das zeitraubende Trocknen und Pulverisiren der Kartoffeln vermieden wird.

Freilich ist es uns, wie hier vorgreifend bemerkt sei, auf mechanischem Wege — Reiben, Mahlen etc. — nicht gelungen, frische oder getrocknete Kartoffeln derart zu zerkleinern, dass das Reibsel oder Mahlproduct die Stärkekörner in vollständig auswaschbarem Zustande enthielt. Auch mit der Buchner-Hahn'schen Hefezerkleinerungsmaschine¹⁰⁾ für die Presssaftgewinnung wird sich, selbst wenn ihrer Anwendung keine sonstigen Bedenken entgegenständen, das Ziel nicht erreichen lassen, abgesehen davon, dass bei so tiefen mechanischen Eingriffen — Verreiben mit Quarzsand und Kieselguhr — wahrscheinlich die Stärkekörner selbst zertrümmert werden, wobei sie nach Bruckner¹¹⁾ wesentliche Veränderungen, anscheinend auch substantieller Natur, erleiden.

Muss man demnach auf die quantitative mechanische Isolirung des Stärkemehles voraussichtlich überhaupt verzichten, so ist der nächste Schritt die Zuhülfenahme chemischer Agentien, welche die Stärkekörner selbst intact lassen.

⁸⁾ Vergl. z. B. L. von Wagner, die Stärkefabrikation etc., Braunschweig 1876, Seite 99.

⁹⁾ Fühling's Landwirthschaftliche Zeitung 1898, 152, 176, 216.

¹⁰⁾ Berichte d. deutsch. chem. Ges. 31 I, 569 (1898).

¹¹⁾ Sitzungsber. d. Wiener Akad. 1883, Bd. 88, 1. Abth., Novemberheft.

2. Chemische Isolirung des Stärkemehles.

Dieser Weg ist wohl zuerst von Dragendorff¹²⁾ beschritten, aber nicht consequent durchgeführt worden. Er extrahirt nämlich die Substanz mit weingeistiger Kalilauge, wägt den hierbei verbleibenden, aus Cellulose und Stärkemehl bestehenden Rückstand, entfernt aus diesem die Stärke durch Salzsäure oder Malzauszug und wägt die Cellulose zurück.

In dieser Form ist das Dragendorff'sche Verfahren, bei dessen consequenter Durchführung die Cellulose entfernt werden und zuletzt reines Stärkemehl zur Wägung gelangen müsste, schon wegen der langen (18 bis 30 stündigen) Digestionsdauer nicht brauchbar, indessen verdient auch hier der Grundgedanke Beachtung; hat doch neuerdings Mayrhofer¹³⁾ denselben erfolgreich bei Untersuchung von Fleischwaaren auf Stärke benutzt und Lindet¹⁴⁾ den Vorschlag gemacht, das Stärkemehl aus Körnerfrüchten durch Behandlung derselben mit salzsaurer Pepsinlösung zu isoliren, durch ein feines Seidensieb zu waschen und auf einem gewogenen Filter zu sammeln.

Da alle auf die Wägung des „Stärkemehles“ abzielenden Methoden seither an dem Umstande gescheitert sind, dass es nicht gelang, die Stärkekörner quantitativ aus den sie einschliessenden Zellen zu isoliren, so ist man dazu übergegangen, die optischen und chemischen Eigenschaften der „Stärkesubstanz“ zu deren directer Bestimmung zu benutzen.

3. Polarimetrische Bestimmung der Stärkesubstanz.

Von jeher ist die Bestimmung der Stärke mit Hülfe des Polarisationsapparates gewissermaassen als das Ideal eines einfachen und rasch ausführbaren Stärkebestimmungsverfahrens angesehen und bis in die Neuzeit hinein wiederholt empfohlen worden, z. B. von A. Baudry¹⁵⁾ speciell für Kartoffeln, von H. Weller¹⁶⁾ für Fleischwaaren, von Dowzard¹⁷⁾ für Mehl; in ihrer Anwendung auf pflanzliche Rohstoffe lassen diese Methoden jedoch so viel zu wünschen übrig,

¹²⁾ Chem. Centralblatt 1864, 640.

¹³⁾ Forschungsberichte über Lebensmittel etc. III 141 u. 429 (1896).

¹⁴⁾ Diese Zeitschrift 1898, 166.

¹⁵⁾ Zeitschrift für Spiritusindustrie 15, 41 (1892). Vergl. dazu die Kritik von Saare.

¹⁶⁾ Forschungsberichte über Lebensmittel etc. III 430 (1896) und Zeitschrift für Untersuchung der Nahrungs- und Genussmittel etc. I 167 (1898).

¹⁷⁾ Chem. News 77, 107 (1898).

dass sie bis jetzt nicht in allgemeinen Gebrauch gekommen sind. Auch wir haben bei unseren Versuchen, den Stärkegehalt von Kartoffeln nach Weller, d. h. durch Polarisiren von Chlorzink-Stärkelösungen zu bestimmen, keine befriedigenden Resultate erhalten¹⁸⁾.

4. Chemische Bestimmung der Stärkesubstanz.

Von den verschiedenen Vorschlägen¹⁹⁾ zur directen Stärkebestimmung, welche sich auf die Eigenschaft der Stärkesubstanz, mit anorganischen und organischen Stoffen analytisch vielleicht verwerthbare Verbindungen zu bilden, stützen, erschienen uns in erster Linie beachtenswerth das Titrirverfahren von Asbóth's²⁰⁾ und die gewichtsanalytische Methode von Mayrhofer (l. c.). Gegen das erstere sind von verschiedenen Seiten²¹⁾ begründete Bedenken erhoben worden, auf Grund unserer, allerdings nicht abgeschlossenen, Erfahrungen neigen wir jedoch dem Urtheile Wiley's²²⁾ zu, wonach die von Asbóth'sche Methode auch für Untersuchung von Rohstoffen wird brauchbar gemacht werden können.

Diesem also immerhin noch zweifelhaften Princip der maassanalytischen Stärkebestimmung gegenüber hat J. Mayrhofer mit seinem gewichtsanalytischen Verfahren, welches auch in die „Vereinbarungen zur einheitlichen Untersuchung und Beurtheilung von Nahrungs- und Genussmitteln, sowie von Gebrauchsgegenständen für das deutsche Reich“ (Heft 1) aufgenommen worden ist, einen unseres Wissens bisher noch nicht bestrittenen Erfolg gehabt.

Dasselbe beruht darauf, dass Stärkemehl in alkoholischer Kalilauge unlöslich, in wässriger Kalilauge aber leicht löslich und aus dieser Lösung durch Alkohol quantitativ fällbar ist; eine solche Stärkebestimmung gestaltet sich daher in ihrer Ausführung einfach so, dass die Substanz mit 8 proc. alkoholischer Kalilauge auf dem Wasserbade erhitzt, der dabei hinterbleibende Rückstand mit etwa doppelt-normaler wässriger Kalilauge behandelt, das Filtrat nach dem Ansäuern mit Essigsäure durch Alkohol gefällt

¹⁸⁾ Vergl. z. B. auch Krug u. Wiley, diese Zeitschrift 1898, 445, sowie Mayrhofer, Forschungsberichte über Lebensmittel etc. III 142 (1896).

¹⁹⁾ Vergl. Tollens' Handbuch der Kohlehydrate und die Litteraturzusammenstellung in dem Werke von Saare, S. 558 ff.

²⁰⁾ Repertorium d. analyt. Chemie 7, 299 (1887).

²¹⁾ Mohnheim, d. Z. 1888, 65, Seyfert, ebenda 126, C. J. Lintner, ebenda 232.

²²⁾ Principles and Practice of Agricultural Analysis. Vol. III 208 (1897).

und der Niederschlag auf einem gewogenen Filter gesammelt wird.

Nach den oben erwähnten „Vereinbarungen“ bezeichnet man als „Stärke“ diejenigen Kohlehydrate, welche in kaltem Wasser unlöslich sind, aber durch Diastase oder überhitzten Wasserdampf löslich gemacht werden und nach der Inversion Fehling'sche Lösung reduciren. Diese Definition des Begriffes „Stärke“ steht und fällt natürlich mit der analytischen Methode, aus welcher sie abgeleitet ist; überdies hat Lintner²³⁾ nachgewiesen, dass sie einen Widerspruch enthält, darin bestehend, dass die beiden von den „Vereinbarungen“ angenommenen Methoden — das Hochdruck- und das Diastaseverfahren — verschiedene Werthe liefern und daher scharf auseinander zu halten sind. Ursache hierfür sind die bei der Aufschliessung der Stärke sich lösenden und bei der Verzuckerung Pentosen liefernden Pentosane, welche entgegen den Angaben von Wiley und Krug²⁴⁾ auch das Diastaseverfahren fehlerhaft machen.

Bestimmung des wahren Stärkegehaltes der Kartoffeln.

A. Ergebnisse der Vorversuche.

Unsere Versuche wurden in der Absicht unternommen, die seitherige Beurtheilung der Kartoffeln nach dem specifischen Gewichte durch eine einfache und verlässliche wahre Stärkegehaltsbestimmung zu ergänzen bez. zu ersetzen oder, falls dieses Ziel nicht erreichbar schien, das umständliche Verfahren der Stärkewerthermittelung zu einer sich in den Rahmen landwirthschaftlich-chemischer Arbeiten möglichst bequem einfügenden directen Stärkebestimmungsmethode umzuformen.

Soweit nun unsere Versuche diesen letzteren Zweck verfolgten, haben wir das Aufschliessen der Substanz im Soxhlet'schen Autoclaven beibehalten und glaubten dies um so mehr thun zu können, als sich auf diese Weise die Bestimmung der Stärke mit derjenigen der Rohfaser voraussichtlich wird vereinigen lassen; hat doch bereits J. König²⁵⁾ sich des genannten Apparates bei seiner neuen Methode zur Bestimmung der pentosanfreien Rohfaser mit Vorthail bedient.

In der im Autoclaven aufgeschlossenen Substanzprobe sollte dann die Stärke nach

Mayrhofer (l. c.), aber unter Weglassung der Vorbehandlung mit alkoholischer Kalilauge, also in der Art bestimmt werden, dass die Stärkelösung mit Kalilauge versetzt, von der Cellulose etc. abfiltrirt, das Filtrat nach dem Ansäuern mit Essigsäure durch Alkohol gefällt und der Niederschlag auf einem gewogenen Filter gesammelt wurde. Die Versuche zeigten aber, dass die so erhaltenen Resultate im Vergleiche zu den nach dem Hochdruckverfahren der „Vereinbarungen“ ausgeführten Controlbestimmungen stets zu hoch ausfielen, weil, wie sich bei näherer Untersuchung ergab, die Stärkeniederschläge nicht rein waren, sondern Stickstoffsubstanz und Mineralstoffe enthielten. Erstere Beimengung wurde leicht dadurch ausgeschlossen, dass die Stärkelösung vor der Fällung nicht angesäuert, sondern sogleich im alkalischen Zustande mit Alkohol versetzt wurde, da das Kartoffel-eiweiss²⁶⁾ oder vielmehr seine Alkaliverbindung aus alkalischen Lösungen durch Alkohol nicht gefällt wird, während die Stärke unter diesen Bedingungen als Stärkekalkium²⁷⁾ abgeschieden wird.

Nebenbei mag hier bemerkt sein, dass wir auch versucht haben, die Alkaliverbindungen der Stärke zu deren Bestimmung auf gewichts- oder maassanalytischem Wege zu verwenden, jedoch gelang es selbst bei Benutzung reinsten Kartoffelstärke nicht, genügend übereinstimmende Zahlen zu erhalten. Da Stärkenatrium sich bei diesen Versuchen in Übereinstimmung mit den Angaben von Pfeiffer und Tollens (l. c.) analytisch brauchbarer erwies als Stärkekalkium, so nahmen wir fortan die Fällung der Stärke stets aus natronlaugehaltiger Flüssigkeit vor. Das Stärkenatrium wurde abfiltrirt, mit verdünntem Alkohol ausgewaschen, auf dem Filter in warmem Wasser gelöst, das Filtrat mit Essigsäure angesäuert und die Stärke wieder mit Alkohol gefällt etc., wie Mayrhofer vorschreibt, aber auch so wurden aschenfreie Niederschläge nicht erhalten, sei es, dass das Natriumacetat aus denselben durch Alkohol nicht vollständig ausgewaschen oder das Stärkenatrium durch die verdünnte

²⁶⁾ Besteht nach Th. Osborne und G. Campbell im Wesentlichen aus einem als Tuberin bezeichneten Globulin, welches aus wässriger Lösung durch Essigsäure gefällt und in Berührung mit Alkohol unlöslich wird. Herr K. Oshima, welcher im hiesigen Laboratorium das Tuberin aus Kartoffelsaft darstellte, hat diese Angaben, sowie die Löslichkeit in Alkohol bei Gegenwart von Kali- oder Natronlauge bestätigt.

²⁷⁾ Über die Verbindungen der Stärke mit Alkalien vergl. Pfeiffer und Tollens, Liebig's Annalen 210, 285.

²³⁾ Diese Zeitschrift 1898, 725.

²⁴⁾ Diese Zeitschrift 1898, 446.

²⁵⁾ Zeitschrift für Untersuchung der Nahrungs- und Genussmittel etc. I, 3 (1898).

Essigsäure nicht völlig zersetzt worden war oder endlich, dass Mineralstoffe der Kartoffeln der Stärkesubstanz hartnäckig anhafteten.

Bei den folgenden Versuchen wurde daher an Stelle der Essigsäure verdünnte Salzsäure verwendet und ausserdem jede Beeinflussung der Resultate durch, den Alkohol-fällungen etwa noch beigemischte, Mineralstoffe von vornherein dadurch ausgeschlossen, dass wir anstatt nach Mayrhofer die Niederschläge auf gewogenen Filtern zu trocknen und zu wägen, zur Endbestimmung der Stärke die von dem einen von uns vor einigen Jahren für Rohfaserbestimmungen angegebene und seither bewährte Asbestfiltration²⁸⁾ benutzten, bei welcher die Stärke, ebenso wie die Rohfaser, in einfachster Weise aus der Gewichts-differenz zwischen dem getrockneten und dem ausgeglühten Asbestfilter bestimmt werden kann.

Unser Verfahren bestand nunmehr im Wesentlichen darin, dass wir die lufttrockene, gepulverte Kartoffelsubstanz im Soxhlet'schen Autoclaven mit Wasser $3\frac{1}{2}$ Stunde auf nahezu (nicht über) 3 Atm. erhitzten, die aufgeschlossene Masse mit Natronlauge versetzten, durch Filtration von Cellulose u. s. w. befreien und das erkaltete Filtrat nach dem Ansäuern mit Salzsäure durch Alkohol fällten. Der Niederschlag wurde auf einem Asbestfilter (Siebplatte von etwa 3 cm Durchmesser) gesammelt, nach dem Absaugen der Flüssigkeit mit Alkohol, dann mit Äther gewaschen, Filter nebst Niederschlag quantitativ in eine Platinschale übergeführt, unter langsamem Erhitzen im Trockenschranke bei 130—140° getrocknet, gewogen, ausgeglüht und nach dem Erkalten im Exsiccator wieder gewogen, wobei die Differenz zwischen beiden Wägungen als Stärke angenommen wurde.

Der im Allgemeinen zu hohe Ausfall der nach diesem Verfahren erhaltenen Resultate, die auch sonst noch zu wünschen übrig liessen, deutete darauf hin, dass die verbrennliche Substanz ausser der Stärke noch eine andere organische Beimengung enthielt, die aber weder N-haltig war, noch Pentosanreaction gab²⁹⁾. Sie wurde aber in der Folge dadurch ausgeschlossen, dass die Natronlauge nicht

mehr unmittelbar zur aufgeschlossenen Kartoffelsubstanz, sondern erst nach dem Abfiltriren der Cellulose etc. zum Filtrate hinzugesetzt wurde.

Ausser dieser kleinen Abänderung wurden im Laufe der Versuche noch einige andere Verbesserungen vorgenommen, die zwar geringfügig erscheinen, aber doch keineswegs unwesentlich sind, sofern sie das Arbeiten erleichtern, die Zeit abkürzen und eine grössere Genauigkeit der Resultate gewährleisten. Zunächst wurden die kleinen Metallbecher des Soxhlet'schen Autoclaven durch etwas grössere, mit Ausguss und Deckel versehene Porzellanbecher³⁰⁾ ersetzt. Ferner erwies es sich zweckmässig, dem Aufschliessen der Substanz eine Behandlung derselben mit kaltem Wasser vorausgehen zu lassen, wodurch schleimige, die Filtrationen und die Resultate ungünstig beeinflussende Stoffe entfernt werden.

Wird die aufgeschlossene Kartoffelsubstanz direct filtrirt, so hat man mit noch nicht vollständig gelöster, sondern nur verkleisterter Stärke zu kämpfen, und es ist kaum möglich, die gequollene Cellulose mikroskopisch stärkefrei auszuwaschen. Diese Schwierigkeiten werden umgangen, wenn man die aufgeschlossene Masse aus dem Becher in einen Maasskolben spült, im nunmehr verdünnten Zustande kocht und nach dem Auffüllen einen aliquoten Theil abfiltrirt.

Das durch Alkohol gefällte Stärkenatrium ballt sich in Klumpen zusammen und wird dadurch schwer filtrir- und auswaschbar; durch Einrühren von feinflockigem Asbest erzielt man dagegen einen lockeren Niederschlag, der sich leicht filtriren und auswaschen lässt.

Was endlich das Ausglühen des mit der Stärke vermischten Asbests in der offenen Platinschale anbetrifft, so erleidet man dabei durch Verstäuben leicht kleine Verluste, im Gooch'schen Tiegel aber verbrennt die Stärke ziemlich schwer, so dass Verflüchtigung von, dem Niederschlage etwa noch beigemengtem, Chlornatrium zu befürchten ist. Thatsächlich verschwand eine sonst nicht erklärbare Unsicherheit unserer Versuchsergebnisse, als wir den Stärkeniederschlag, wie bei der Dextrosebestimmung das Kupferoxydul, im Soxhlet'schen Filtrirrohre sammelten, trockneten und verbrannten.

³⁰⁾ Form No. O. 366 auf Seite 51 des Preisverzeichnisses No. V der Königlichen Porzellan-Manufactur Berlin (Januar 1899).

[Schluss folgt.]

²⁸⁾ G. Baumert, Über die quantitative Bestimmung der Rohfaser in Nahrungs- und Genussmitteln, diese Zeitschrift 1896, 408. — J. König, Ein neues Verfahren zur Bestimmung der Rohfaser in den Futter- und Nahrungsmitteln, Zeitschrift für Untersuchungen der Nahrungs- und Genussmittel etc. I, 3 (1898). Vergl. auch die „Vereinbarungen“ Heft 1, 16.

²⁹⁾ Herr K. Oshima, welcher im vorigen Semester im diesseitigen Laboratorium arbeitete, hat die Pentosanbestimmungen bei unseren Versuchen freundlichst ausgeführt.