Zeitschrift: Mitteilungen aus dem Gebiete der Lebensmitteluntersuchung und Hygiene = Travaux de chimie alimentaire et d'hygiène

Herausgeber: Bundesamt für Gesundheit

Band: 43 (1952)

Heft: 1

Artikel: Über die Empfindlichkeit der Schleimsäurereaktion nach Kent und Tollens

Autor: Fellenberg, Th. von

DOI: https://doi.org/10.5169/seals-982639

Nutzungsbedingungen

Die ETH-Bibliothek ist die Anbieterin der digitalisierten Zeitschriften auf E-Periodica. Sie besitzt keine Urheberrechte an den Zeitschriften und ist nicht verantwortlich für deren Inhalte. Die Rechte liegen in der Regel bei den Herausgebern beziehungsweise den externen Rechteinhabern. Das Veröffentlichen von Bildern in Print- und Online-Publikationen sowie auf Social Media-Kanälen oder Webseiten ist nur mit vorheriger Genehmigung der Rechteinhaber erlaubt. Mehr erfahren

Conditions d'utilisation

L'ETH Library est le fournisseur des revues numérisées. Elle ne détient aucun droit d'auteur sur les revues et n'est pas responsable de leur contenu. En règle générale, les droits sont détenus par les éditeurs ou les détenteurs de droits externes. La reproduction d'images dans des publications imprimées ou en ligne ainsi que sur des canaux de médias sociaux ou des sites web n'est autorisée qu'avec l'accord préalable des détenteurs des droits. En savoir plus

Terms of use

The ETH Library is the provider of the digitised journals. It does not own any copyrights to the journals and is not responsible for their content. The rights usually lie with the publishers or the external rights holders. Publishing images in print and online publications, as well as on social media channels or websites, is only permitted with the prior consent of the rights holders. Find out more

Download PDF: 15.07.2025

ETH-Bibliothek Zürich, E-Periodica, https://www.e-periodica.ch

Über die Empfindlichkeit der Schleimsäurereaktion nach Kent und Tollens

Von *Th. von Fellenberg*, Muri bei Bern

Die Reaktion auf Galactosegruppen durch Oxydation zu Schleimsäure ist sehr charakteristisch; kein anderes Kohlenhydrat ausser Galactose und galactosehaltigen Stoffen wie Lactose und gewisse Pflanzenschleimen liefert mit Salpetersäure Schleimsäure. Da typische Farbenreaktionen auf Lactose nicht bekannt sind, ist man in der Regel zum Nachweis dieser Zuckerart auf quantitative Methoden angewiesen, wie die Vermehrung der Reduktion nach starker Inversion, die aber bei Mischungen mehrerer Zuckerarten versagt, oder auf die biologische Methode der Vergärung der Zuckerarten mit bestimmten Mikroorganismen.

Man ist deshalb in gewissen Fällen froh, die charakteristische Schleimsäurereaktion zur Verfügung zu haben. *Abderhalden* [1]) gibt folgende Vorschrift zur Ausführung der Reaktion:

«5 g der zu prüfenden Substanzen werden in Bechergläsern von ca. 5 cm Durchmesser und 7—8 cm Höhe mit 60 cm³ Salpetersäure von 1,15 spez. Gewicht übergossen und im kochenden Wasserbad unter Umrühren erhitzt, bis die anfänglich ca. 2,5 cm betragende Höhe der Flüssigkeit auf möglichst genau 1/3, also auf 8—9 mm heruntergedampft ist.

Man setzt dann beiseite, zerrührt am folgenden Tag mit 10 cm³ Wasser, saugt die Schleimsäure ab, trocknet, wägt und untersucht sie.

Wendet man nicht reine Kohlenhydrate, sondern Stoffe der Natur an, welche Zellulose, Kalksalze usw. enthalten, so kann die etwa entstandene Schleimsäure mit andern Stoffen vermengt sein. Man gewinnt sie rein, indem man den erhaltenen Absatz mit Wasser und Natrium- oder Ammoniumcarbonat kocht, die Flüssigkeit vom Ungelösten absaugt, sie in einer Platinschale bis fast zur Trockne eindunstet und den erhaltenen Rückstand mit etwas verdünnter Salpetersäure verrührt, worauf die Schleimsäure abfiltriert, getrocknet und auf den Schmelzpunkt, ca. 213°, geprüft wird.»

Es wurde untersucht, welche Ausbeuten an Schleimsäure bei Verwendung verschiedener Mengen Ausgangsmaterial erhalten werden, sowohl bei reiner Lactose als auch bei Zusatz von Saccharose und Stärke. Dabei wurde stets, also auch bei Verwendung sehr kleiner Mengen Ausgangsmaterial, die vorgeschriebene Menge von 60 cm³ Salpetersäure verwendet. Man suchte auch stets genau auf 1/3 der Flüssigkeitshöhe einzudampfen, soweit sich das abschätzen liess. Die Salpetersäure von 1,15 spez. Gewicht erhält man durch Verdünnen von 53,2 cm³ konzentrierter (65 %iger Salpetersäure auf 182,8 cm³.

Es zeigte sich bei diesen Versuchen, dass sich die Schleimsäure beim Hinstellen der abgedampften Flüssigkeit bei gewöhnlicher Temperatur nicht quantitativ ausscheidet. Man stellte die Bechergläser daher über Nacht in einen Kühlschrank (+3—4°). Aber auch so blieb ein Teil der Schleimsäure in Lösung und schied sich erst nachträglich aus der vorschriftsmässig verdünnten Lösung nach dem Filtrieren ab, ging also für die Bestimmung verloren. Nach diesen Erfahrungen liess man die Lösungen jeweilen zweimal 24 Stunden im Kühlschrank stehen, wobei man sie mehrmals mit einem Glasstab kräftig verrührte und an den Glaswandungen rieb. Bei kleinen Gehalten erfolgte die Ausscheidung überhaupt erst nach dem kräftigen Verreiben.

Zur Kontrolle wurden auch Versuche mit Saccharose und mit Kartoffelstärke gemacht. Bei Verarbeitung von 2,5 g Saccharose erhielt man 12 mg Oxalsäure in sehr grossen Kristallen, bei Stärke entstand kein Niederschlag. Es ist somit der Fructoseanteil der Saccharose, welcher die Oxalsäure bildet.

Die Niederschläge wurden durch Glasfiltertiegel 10 G, 4 filtriert, 3 mal mit 5 cm³ kaltem Wasser gewaschen, bei 110° getrocknet und gewogen. Man bestimmte auch stets den Schmelzpunkt der erhaltenen Schleimsäure. Er betrug stets, also auch bei den noch zu besprechenden Versuchen mit Saccharosezusatz, ca. 213°, was dem Schmelzpunkt, der in der Literatur angegeben wird, entspricht. Ganz scharf ist der Schmelzpunkt nicht; die Substanz fängt vor dem Schmelzen an, zu sintern und sich bräunlich zu färben.

Theoretisch entstehen aus 360 Teilen Lactosehydrat 210 Teile Schleimsäure, was 58,3 % ausmacht.

Die Tabelle 1 gibt Resultate wieder, die mit reinem Lactosehydrat erhalten worden sind.

Tabelle 1

Schleimsäure aus Lactosehydrat

Nr.	Lactosehydrat g	Schleimsäure g	Schleimsäure %	Ausbeute %
1	0,1	0	—	—
2	0,25	0	—	—
3	0,5	0,1361	27,22	47,0
4	1,0	0,3786	37,86	65,0
5	2,5	0,9462	38,86	66,8

Mit sinkendem Gehalt an Lactose sinkt die Ausbeute an Schleimsäure; bei Verwendung von 0,5 g beträgt sie nur noch 47 % gegenüber 65 % bei 1 g Lactose.

Die Löslichkeit der Schleimsäure in Wasser ist laut Literatur 0,33 %. Die verwendeten 15 cm³ Waschwasser lösen somit, falls sich das Waschwasser mit Schleimsäure sättigt, was aber bei dem kurzen Kontakt keineswegs der Fall ist, 0,1 g.

Es ist wahrscheinlich, dass die Lactose quantitativ in Schleimsäure übergeht, dass aber die Löslichkeit in der nach dem Eindampfen vorhandenen Salpetersäure ganz bedeutend ist. Darüber wurde folgender Versuch gemacht. Zu der Flüssigkeit des Versuchs Nr. 1, also nach dem Verkochen von 0,1 g Lactosehydrat mit 60 cm^3 Salpetersäure und Verdünnen des Rückstandes mit 10 cm^3 Wasser, wurde eine bestimmte Menge Schleimsäure zugegeben und von Zeit zu Zeit verrührt. Am nächsten Tag wurde die ungelöst gebliebene Schleimsäure abfiltriert, gewaschen, getrocknet und gewogen. Man erhielt:

Angewendete Schleimsäure	0,2328 g
Zurückgewogene Schleimsäure	0,1430 g
Verlust	0,0898 g

Es sind in Lösung geblieben 0,0898 g plus die aus den 0,1 g Lactosehydrat entstandene Schleimsäure, die theoretisch 0,058 g beträgt, somit im ganzen 0,1478 g Schleimsäure. Wenn wir diesen Betrag zu den in Tabelle 1 gefundenen Werten addieren, finden wir:

Tabelle 2

Korrigierte Schleimsäurewerte

Nr.	Lactosehydrat g	Schleimsäure korrigiert g	Schleimsäure %	Ausbeute %
3	0,5	0,2789	55,78	96
4	1,0	0,5214	52,14	90
5	2,5	1,0940	43,76	75

Unsere Rechnung ergibt bei 0,5 g Lactosehydrat die gute Ausbeute von 96 %. Mit steigendem Gehalt an Ausgangsmaterial sinkt sie auf 90 und weiter auf 75 %. Wie erwähnt, ist ein wiederholtes Verrühren mit einem Glasstab notwendig, um die Schleimsäureausscheidung in Gang zu setzen und um sie zu vollenden. Bei den Proben, welche von vorneherein Kristalle lieferten, wurde das Verreiben etwas weniger gründlich besorgt als bei den Proben, welche überhaupt erst nach dem Verreiben kristallisierten. Es ist auch etwas schwierig, die Lösungen stets auf genau $^1/_3$ einzudampfen. Kleine Abweichungen können aber schon Änderungen in der Ausbeute bewirken.

Die Rechnung zeigt, dass die stets in Lösung bleibende Schleimsäuremenge von 0,1478 nahezu genau einer Menge von 0,25 g Lactosehydrat entspricht. Es müssen somit mehr als 0,25 g Lactosehydrat im Ausgangsmaterial vorhanden sein, damit die Reaktion überhaupt eintritt.

Es wurden auch einige Versuche mit Lactosehydrat unter Zusatz von Saccharose ausgeführt.

Tabelle 3

Schleimsäure aus Lactosehydrat + Saccharose

Nr.	Lactosehydrat g	Saccharose g	Schleimsäure g	Schleimsäure %	Ausbeute %
1	0,5	0	0,1361	27,22	47,0
2	0,5	1	0,1180	23,60	40,8
3	0,5	2	0,1323	26,46	45,6
4	0,5	3	0,0992	19,82	34,1
5	0,5	4	0,1168	23,36	40,2

Die Ausbeuten sind recht ungleich, was wieder mit der Tendenz, übersättigte Lösungen zu bilden, zusammenzuhängen scheint. Der Einfluss der Bildung von Oxalsäure aus der Saccharose lässt sich nicht nachweisen. Diese hat sich hier offenbar nicht in grössern Kristallen abgeschieden, sondern in kleinen Kriställchen, die beim Waschen wieder in Lösung gegangen sind.

Schliesslich sei noch ein Resultat angeführt, welches nach Mischung von Lactosehydrat mit Saccharose und Kartoffelstärke erhalten wurde.

Lactosehydrat g	Saccharose g	Stärke g	Schleimsäure g	Schleimsäure %	Ausbeute %
1,0	—	—	0,3786	37,86	65,0
1,0	1,5	1,0	0,4250	42,50	73,1

Hier ist eine Erhöhung der Ausbeute eingetreten; es ist also weniger Schleimsäure in Lösung geblieben als ohne Zusatz der fremden Kohlenhydrate.

Zusammenfassung

Die Schleimsäurereaktion auf Lactose nach *Kent* und *Tollens* ist sehr wenig empfindlich, da stets ein grosser Teil der gebildeten Schleimsäure, ca. 0,15 g, in der Salpetersäure gelöst bleibt. Es müssen daher über 0,25 g Lactosehydrat zugegen sein, damit eine Kristallisation von Schleimsäure erfolgt.

Die Kristallisation erfolgt nur langsam; die Proben müssen daher 2 Tage unter öfterem Verrühren mit einem Glasstab im Kühlschrank bei +3—4° aufbewahrt werden.

Eine annähernde Abschätzung der Lactose lässt sich erreichen, indem man zu der gefundenen Schleimsäure 0,15 addiert und die Summe der Schleimsäure mit 100/58,3 multipliziert.

Résumé

La réaction de l'acide mucique, selon *Kent* et *Tollens*, qui est donnée par le lactose, est très peu sensible, car une grande partie de l'acide mucique formé, environ 0,15 g, reste dissoute dans l'acide nitrique. De ce fait il faut qu'il y ait plus de 0,25 g d'hydrate de lactose présent pour que se produise la cristallisation de l'acide mucique.

La cristallisation est lente; de ce fait les solutions doivent être conservées pendant 2 jours à +3—4°, à la glacière, en ayant soin de les agiter fréquemment au moyen d'une baguette de verre.

Une estimation approximative du lactose peut être obtenue en ajoutant 0,15 g à la quantité d'acide mucique obtenue et en multipliant la quantité totale d'acide mucique par 100/58,3.

Literatur

[1]) *E. Abderhalden*, Handbuch der biochem. Arbeitsmethoden, Bd. 2, S. 113.

Herstellung löslicher Stärke

Von *Th. von Fellenberg*, Muri bei Bern

Verfasser hat seinerzeit gemeinsam mit *W. Rusiecki* [1]) ein Verfahren zur Bestimmung der Diastasezahl in Honig ausgearbeitet, wobei unter Diastasezahl die kleinste Menge Honig zu verstehen ist, welche während 1 Stunde bei 40° 1 g lösliche Stärke in 1%iger Lösung so weit abbaut, dass Jod eine gelbe bis höchstens ganz schwach rötliche Färbung erzeugt.

Es wurde dabei mit löslicher Stärke nach *Zulkowsky* gearbeitet in der Annahme, dass dies eine sich stets gleichbleibende, wohldefinierte lösliche Stärke sei. Es wurden nach diesem Verfahren über 500 Honige der schweizerischen Honigstatistik von 1937—40 untersucht. Als nun die Methode neuerdings wieder angewendet wurde, zeigte es sich, dass die heute (im Sommer 1951) käufliche Stärke nach *Zulkowsky* bedeutend weiter abgebaut ist als die frühere. Sie gibt von vorneherein eine mehr violettstichige Färbung mit Jod und wird durch Honigdiastase stärker abgebaut. Da noch ein Rest der alten Stärke vorhanden war, liessen sich die beiden Muster vergleichen.

Es ist nun klar, dass das Verfahren der Bestimmung der Diastasezahl ganz von der Art der löslichen Stärke abhängt. Das gilt ebenso für die Diastaseprobe nach *Auzinger*, die in der 4. Auflage des Lebensmittelbuches empfohlen wird. Auch dort soll lösliche Stärke nach *Zulkowsky* angewendet werden und durch Ersatz der frühern Stärke durch eine stärker abgebaute erfolgen Werte, die mit den frühern nicht vergleichbar sind. Das war besonders fatal wegen des grossen Zahlenmaterials, welches nach unserm Verfahren vorlag.

Ich prüfte nun zunächst eine in der Schweiz hergestellte lösliche Stärke. Sie war aber auch stärker abgebaut als die alte *Zulkowsky*'sche Stärke. Es sei hier bemerkt, dass sowohl diese Stärke als auch die beiden erwähnten Stärken nach *Zulkowsky* mit Jod kein reines Blau liefern; sie sind alle drei für jodometrische Arbeiten nicht sehr geeignet.