

Überhaupt glaube ich, wir können, nachdem unsere Deutsche Chemische Gesellschaft nebst anderen hervorragenden Vereinen und Gesellschaften die Inszenirung in die Hand genommen hat, sehr beruhigt darüber sein, dass der Congress 1902 zu Berlin der Würde des deutschen Chemikerstandes entsprechend verläuft, und habe ich nur die wichtigsten Momente deshalb mir erlaubt aufzuzählen, weil ich in keinem derselben einen Hinderungsgrund sehe, den Congress schon 1902 abzuhalten, denn zu all diesen Dingen inclusive der Aufstellung eines festen Congressreglements, das in Berlin von dem tagenden Congresse, nachdem es in der Eröffnungssitzung für diesen proclamirt, in der Schlussitzung unter event. Abänderungen für die späteren Congresse acceptirt würde, genügt doch wohl eine einjährige Vorbereitungsperiode. Ich sage einjährig in der Erwartung, dass das Generalprotocoll von 1900 noch in diesem Jahre erscheint und Anfangs 1902 die Einladungen mit Programm erlassen werden sollen. Ich will nicht darauf zurückkommen, dass ich in unserer raschlebigen Zeit eine vierjährige Periode für zu lang halte und es für besser halten würde, wenn nach einem gewissen Abschluss der vorliegenden Arbeiten eine noch längere Pause, etwa von 5 Jahren, einräte, sondern ich möchte heute hauptsächlich den Rechtsstandpunkt betonen. Die Schlussitzung in Paris hat den Congress für 1902 in Berlin auf die diesbezügliche Einladung hin abzuhalten bestimmt und kann nach meiner Ansicht Niemand anders als der internationale Congress diese Maassnahme umstossen. Besonders würde ich dies für gefährlich halten, nachdem ausdrücklich im Congress zu Wien sich die Meinung der Versammlung gegen den diesbezüglichen Vorschlag aussprach. Es sollte auch nicht ausser Acht gelassen werden, dass momentan die internationale Stimmung, die immerhin mitspricht für den Besuch, eine gute genannt werden kann, dass man auch mit Bezug auf die politische Lage hoffen darf, dass sie noch bis 1902 anhält, ob aber noch weitere 2 Jahre, wäre wohl unsicherer. Das aber nur nebenbei; der Rechtsstandpunkt bleibt mir der maassgebende, und es ist vom internationalen Congress beschlossen, 1902 in Berlin zu tagen, das kann nicht durch Einzelbestimmung geändert werden. Möge der Congress dann eine neue Aera für dieselben in Zukunft eröffnen.

Zur Bestimmung des wahren Stärkegehaltes der Kartoffeln.

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

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

[Schluss von S. 1078.]

B. Ausführung der Stärkebestimmung.

3 g der feinst gemahlenen luftrocknen Kartoffelsubstanz röhrt man im Porzellanebecher mit ca. 50 ccm kaltem Wasser an, lässt das Gemisch unter gelegentlichem Umrühren etwa 1 Stunde stehen, giesst dann die Flüssigkeit vom Bodensatze möglichst vollständig durch ein kleines Asbestfilter (Siebplatte von 2—3 cm D.) ab, bringt dasselbe sammt den darauf befindlichen Substanzttheilchen in den Becher zurück, fügt wieder ca. 50 ccm Wasser hinzu und erhitzt den mit dem Deckel geschlossenen Becher $3\frac{1}{2}$ Stunden im Soxhlet'schen Dampftopfe auf annähernd (nicht über) 3 Atm. Nach dem Abkühlen wird der Inhalt des Bechers mit ca. 150—200 ccm kochenden Wassers in einen 250 ccm-Kolben gebracht, behufs vollständiger Lösung der Stärke 10 Minuten gekocht, nach dem Erkalten bei 15° zur Marke aufgefüllt, gut gemischt und durch ein Faltenfilter filtrirt. Vom Filtrate werden 100 ccm oder 200 ccm mit 10 bez. 20 ccm Natronlauge (100 g NaOH im Liter enthaltend) versetzt, wobei die Opalisirung der Flüssigkeit verschwindet und eine klare, beliebig lange Zeit haltbare Lösung entsteht.³¹⁾ 25 ccm derselben werden mit etwa 100 ccm Alkohol³²⁾ (94—96 Proc.) unter Umrühren vermischt, worauf man, noch ehe der Niederschlag sich zusammenballt, ungefähr 1 g feinflockigen Asbest hinzufügt. Das Rühren wird so lange energisch fortgesetzt, bis der Niederschlag unter Klärung der Flüssigkeit sich rasch zu Boden setzt. Wenn dies nach ca. 1 Minute noch nicht der Fall ist, fügt man unter Fortsetzung des Rührens noch kleine Mengen von Asbest hinzu, bis der Zweck erreicht ist.

Die nunmehr klare Flüssigkeit wird, wie bei der Dextrosebestimmung, unter vorsichtiger Benutzung der Wasserluftpumpe durch eine vorher ausgeglühte Soxhlet'sche Asbestfilterröhre³³⁾ abgegossen, der Rückstand, ohne dass er mit dem Glasstäbe

³¹⁾ Ohne den Zusatz der Lauge ist die Stärkelösung nicht lange haltbar.

³²⁾ 50—60 ccm genügen vielleicht auch schon.

³³⁾ Man beachte, dass mit dem Niederschlage noch Asbest hinzukommt.

zusammengedrückt wird, mit 80-prozentigem Weingeist angerührt, so in möglichst lockerem Zustande auf das Filter gebracht und ausgewaschen, wobei man darauf achtet, dass sich in demselben stets Flüssigkeit befindet, andernfalls sich der Niederschlag festsaugt.

Zur Entfernung der letzten Reste desselben aus dem Becherglase verwendet man zweckmässig die Salzsäure, deren man zur Zerlegung des Stärkenatriums benötigt, indem man das Becherglas mit 3—5 ccm Salzsäure (5 Proc.) mittels einer Federfahne auswäscht, die gelöste Substanz durch Zusatz von 25—30 ccm Alkohol (94—96 Proc.) wieder fällt und auf das Filter spült, welches nun mit 80°-igem Weingeist, dann mit absolutem Alkohol, zuletzt mit wasserfreiem Äther ausgewaschen wird. Sind die letzten Reste desselben durch scharfes Absaugen entfernt, so wird das Filter im Luftstrom (welcher die in einem Luft- oder Sandbade liegende Röhre von der weiten Öffnung her durchstreicht), bei 120—130° bis zum gleichbleibenden Gewicht getrocknet³⁴⁾ und nach dem Erkalten im Exsiccator gewogen. Alsdann erhitzt man das Rohr, während ein Luft- oder Sauerstoffstrom durch dasselbe hindurchgeleitet wird, mit einer Gasflamme vorsichtig in der Richtung des Stromes, wobei die Stärke schnell und ohne jede Spur eines kohligen Rückstandes bei so niedriger Temperatur verbrennt, dass der Asbest kaum zum Glühen kommt.

Nach dem Erkalten im Exsiccator wird das Filtrirrohr zurückgewogen und ist nach Herausnahme des mit dem Niederschlage auf das Filter gelangten Asbests, der dem gleichen Zwecke wieder dient, für die folgende Bestimmung gebrauchsfertig.

Der durch das Glühen des Asbestfilters hervorgerufene Gewichtsverlust, der Verdünnung der ursprünglichen Stärkelösung durch die Natronlauge entsprechend um $\frac{1}{10}$ erhöht, ergiebt die in 0,3 g Substanz enthalten gewesene wirkliche Stärkemenge, die nun natürlich noch procentisch und von der lufttrocknen Substanz auf die ursprünglichen, frischen Kartoffeln umgerechnet werden muss.

Bezeichnet man mit:

- f das Gewicht der frischen Kartoffeln,
- l das Gewicht der daraus erhaltenen lufttrocknen Substanz,

³⁴⁾ Das Trocknen der Filterröhren kann auch wie gewöhnlich im Trockenkasten geschehen, in diesem Falle sind aber zur Entfernung der letzten Feuchtigkeitsspuren 4—5 Stunden bei 130—140° erforderlich. Auch sei daran erinnert, dass Stärke nicht sogleich dem Maximum der Trockentemperatur ausgesetzt werden darf, sondern erst $\frac{1}{2}$ Stunde bei 50—60° vorgetrocknet werden muss.

v den durch das Glühen des Asbests bewirkten Gewichtsverlust, so findet man den Prozentgehalt der Kartoffeln an wirklicher Stärke (s) nach der Formel:

$$s = \frac{100(v \times 1,1)}{0,3} \times \frac{1}{f}$$

Beispiel:

1000 g Kartoffeln lieferten 240 g lufttrockne Substanz, welche nach obiger Vorschrift untersucht für v die Werthe 0,1682 und 0,1686 ergab.

Der wahre Stärkegehalt dieser Kartoffeln beträgt somit nach der vorstehenden Formel 14,80 u. 14,84, im Mittel 14,82 Proc.

Dieselbe lufttrockne Substanz ergab nach sorgfältigem Auswaschen mit kaltem Wasser bei der directen Invertirung und Dextrosebestimmung 62,60 u. 62,33 Proc., entsprechend einem Stärkewerthe der frischen Kartoffeln von 15,02 u. 14,96, im Mittel 14,99 Proc.

Das spec. Gewicht dieser Kartoffeln hatte 1,0915 betragen, dem nach der Behrend-Maercker-Morgen'schen Tabelle ein Stärkemehlgehalt von 16,3 Proc. entspricht.

C. Nachweis der Identität des Glühverlustes (v) mit dem wirklichen Stärkegehalte.

Die Richtigkeit der Ergebnisse vorstehender Methode nach deren Übereinstimmung mit den Resultaten des üblichen Inversionsverfahrens beurtheilen zu wollen, wäre insofern verfehlt, als Stärkewerthe und wirkliche Stärkegehalte — wenn sie auch, wie obiges Beispiel zeigt, unter besonders günstigen Umständen einander sehr nahe kommen bez. übereinstimmen — nicht identisch sind, indem die ersten im Vergleiche zu den letzteren erfahrungsgemäss meist mehr oder weniger zu hoch ausfallen. Mithin kann der Beweis, dass unsere Methode wirkliche Stärkegehalte angibt, abgesehen davon, dass sie gut übereinstimmende Zahlen liefert, nur dadurch geführt werden, dass genau bekannte Mengen reiner Stärke sich schliesslich im Glühverluste wiederfinden, und dass bei Untersuchung von Rohstoffen (Kartoffeln) die verbrennliche Substanz sich bei qualitativer und quantitaver Prüfung tatsächlich als reine Stärke erweist.

Um festzustellen, ob der Glühverlust bei unserem Verfahren sich mit genau bekannten Mengen reiner Stärke deckt, wurde selbst dargestellte reinstre Kartoffelstärke analysirt und dann deren wirklicher Stärkegehalt nach der neuen Methode bestimmt.

Das Resultat war folgendes:

	Analyse der Stärke: (Mittel)	Wirklicher Stärkegehalt nach dem Glühverlust:
Wasser	14,03	85,44
Asche	0,54	85,44
Ätherextract	0,05	85,24
Rohfaser	0,21 ³⁵⁾	85,60
Nichtstärke	14,83 Proc.	85,24
Stärke	85,17	" Mittel: 85,39 Proc.

Diese Übereinstimmung kann in Anbetracht der Verschiedenheit beider Untersuchungsmethoden, zumal bei einem so hochprozentigen Materiale, wohl als befriedigend angesehen werden und daher den Schluss rechtfertigen, dass der Glühverlust bei unserem Verfahren den wirklichen Stärkegehalt angibt.

Um weiter nachzuweisen, dass auch bei Untersuchung von Rohstoffen (Kartoffeln) die verbrennliche Substanz nur aus reiner Stärke besteht — dass sie keinen Stickstoff enthält und auch keine Pentosanreaction zeigt, ist bereits erwähnt — wurden zwei verbrennungsfertige, gewogene Niederschläge sammt Asbest unter Nachspülen mit 50 ccm Wasser verlustlos in ein 100 ccm-Kölbchen übergeführt, mit 5 ccm Salzsäure (spec. Gew. 1,125) versetzt und am Rückflussrohre 3 Stunden im kochenden Wasserbade invertirt.

Nach dem Erkalten wurde die Dextroselösung mit Natronlauge annähernd neutralisiert, bei 15° zur Marke aufgefüllt, gewogen, abfiltrirt und durch Rückwägung des ausgewaschenen und getrockneten Kölbchens + Asbest ihrem Gewichte nach bestimmt³⁶⁾.

Vom Filtrate wurden zweimal je 25 ccm entnommen, ebenfalls gewogen, mit Fehling'scher Lösung darin die Dextrose bestimmt und letztere mit dem Factor 0,94 auf Stärke umgerechnet³⁷⁾.

Zwei solcher Art in verschiedenen Proben derselben lufttrocknen Kartoffelsubstanz ausgeführte Versuche ergaben untenstehende Resultate.

Obwohl demnach die Endzahlen beider Versuche im Mittel um 1,15 Proc. von einander abweichen, so beweisen sie doch, dass auch bei Untersuchung von Kartoffeln nach unserer Methode die bei der Verbrennung verschwindende organische Substanz nur reine Stärke ist; denn Differenzen von 0,31 u. 0,84 unter und über 100 finden in der Invertirungsmethode selbst ihre ungezwungene Erklärung. Unser Verfahren der directen Stärkebestimmung aber berühren sie überhaupt nicht, da obige Versuche nur beweisen sollten, dass bei demselben der Glühverlust mit dem wahren Stärkegehalte der Kartoffeln innerhalb kaum vermeidlicher Fehlergrenzen zusammenfällt.

Um schliesslich noch zu zeigen, innerhalb welcher Grenzen der wahre Stärkegehalt selbst bei hochprozentigen Stoffen nach unserer Methode bestimmt werden kann, theilen wir aus unseren letzten Versuchen ohne Auswahl folgende Zahlen mit, welche bei der Analyse verschiedener Proben einer und derselben lufttrocknen Kartoffelsubstanz erhalten worden sind: 62,44, 62,52, 62,30 Prozent wirkliche Stärke.

Von der Veröffentlichung weiteren Zahlentheiles sehen wir ab, weil uns Erfahrungen, die von anderer Seite mit unserer Methode gemacht werden, beweiskräftiger erscheinen würden.

In einer folgenden Mittheilung hoffen wir auf Grund noch nicht abgeschlossener Versuche über ein, auf demselben Princip

Versuch No.	Gewicht der Niederschläge		Gewicht		Ent- sprechende Menge ange- wander Substanz	Reducirtes Kupfer	Entsprechend:				Mittel			
	einzel n	zu- sammen	der Dex- troselösung	von 25 ccm derselben			mg	mg	mg	Proc.				
I	0,1762	0,3528	100,8085	25,4403	0,08903	185,20	94,80	89,112	100,09	99,69				
	0,1766					184,08	94,05	88,407	99,30					
II	0,1780	0,3564	100,7836	25,4515	0,09003	188,70	96,65	90,851	100,91	100,84				
	0,1784					188,40	96,50	90,710	100,77					
Gesammt-Mittel:										100,26				

³⁵⁾ Vergl. G. Baumert, diese Zeitschrift 1896, 408.

³⁶⁾ Um den durch die Anwesenheit des Asbestes bedingten Fehler und die Ungenauigkeit der Messgefässe auszuschliessen.

³⁷⁾ Dieser von Soxhlet angegebene Factor ist statt des theoretischen Factors 0,9, welcher die bei der üblichen Stärkebestimmung durch N-freie Extractivstoffe bedingten Fehler compensirt, nach Lintner u. Düll (d. Z. 1891, 537) anzuwenden, wenn, wie im vorliegenden Falle, die Stärke durch Invertirung bei Abwesenheit N-freier Extractiv-

beruhendes, einfacheres und daher auch für die Praxis der Stärkefabrikation geeignetes Verfahren zur Bestimmung des wahren Stärkegehaltes der Kartoffeln berichten zu können.

stoffe bestimmt werden soll. Hier wäre es noch richtiger gewesen, den von Lintner u. Düll speciell für die Kartoffelstärke ermittelten Factor 0,938 zu benutzen.