

möglich, dass sich auf diese Weise Pentajodresorcin bildet, sich aber bei den Reinigungsoperationen theilweise zersetzt.

**Trijodresorcin.** Um einen reinen Körper zu erhalten, wurde die alkoholische Lösung dieser Verbindung mit saurem schwefligsaurem Kali versetzt. Es bildet sich dann eine farblose Lösung, aus der durch Wasser weisse Flocken gefällt wurden. Die Analyse derselben ergab Trijodresorcin  $C_6HJ_3(OH)_2$ .

	Gefunden	Berechnet
C	15.09 pCt.	14.76 pCt.
H	1.32 -	0.61 -
J	77.88 -	78.07 -

Das Trijodresorcin schmilzt bei  $154^0$ . Bei weiterem Erhitzen zersetzt es sich. In Alkohol, Schwefelkohlenstoff und Aether ist es leicht, in heissem Wasser schwer löslich und wird aus diesen Lösungen meistens in bräunlich gefärbten Nadeln erhalten. Alkalien nehmen es mit Leichtigkeit auf. In alkoholischer Lösung mit alkoholischem Ammoniak versetzt entsteht ein brauner, krystallinischer Niederschlag, der sich an der Luft und beim Lösen in ammoniakfreiem Alkohol sofort wieder zersetzt. Es ist dies wohl eine Ammoniakverbindung des Trijodresorcins.

Durch zweistündiges Kochen mit Essigsäureanhydrid entsteht die Acetylverbindung des Trijodresorcins als ein in Alkohol und Aether leicht löslicher, in Wasser unlöslicher Körper. Schmelzpunkt  $170^0$ . Aus den Lösungen wird sie in schönen, glänzenden Nadeln erhalten. Die Analyse ergab die Formel  $C_6HJ_3(OC_2H_3O)_2$ .

	Gefunden	Berechnet
C	21.14 pCt.	20.99 pCt.
H	1.61 -	1.22 -
J	66.15 -	66.60 -

Berlin, Organisches Laboratorium der Gewerbe-Akademie.

### 372. M. Baswitz: Zur Kenntniss der Diastase.

(Vorgetragen in der Sitzung vom Verfasser.)

Auf Veranlassung des Hrn. Delbrück habe ich mich seit längerer Zeit mit Versuchen zur Auffindung eines rationellen Malzprüfungsverfahrens beschäftigt, welche zu einem gründlicheren Studium der diastatischen Wirkung des Malzes überhaupt geführt haben. Die bis jetzt erhaltenen vorläufigen Resultate theile ich in Folgendem mit.

Der ursprüngliche Gedanke war, eine überschüssige Stärkemenge einer bestimmten Menge Malzauszug zur Verzuckerung zu überweisen, um aus dem gebildeten Quantum Zucker einen Rückschluss auf die Menge der wirkenden Diastase und die Qualität des Malzes überhaupt

zu machen. Ich nahm dementsprechend meine ersten Versuche in Bechergläsern an der Luft vor, konnte indess bei der grössten Gleichmässigkeit der Arbeitsweise constante Resultate nicht erhalten. Es lag um so näher, der Luft und speciell dem Sauerstoff derselben eine Einwirkung auf die Gestaltung der Resultate zuzuschreiben, als Fleck und andere die Diastase als directes Oxydationsprodukt der Eiweisskörper angesprochen haben. Ich machte, um dies zu prüfen, gleiche Versuche einerseits mit Zutritt der atmosphärischen Luft, andererseits in einer Kohlensäure-Atmosphäre, konnte aber eine Einwirkung des Sauerstoffs nicht constatiren. Es blieb sonach nur übrig, dem Kohlensäuregehalt der Luft Einfluss auf die Verzuckerung zuzuschreiben und dies hat der Versuch bestätigt. Es besteht diese Einwirkung in einer Beschleunigung der Verzuckerung und einer Vermehrung der gebildeten Zuckermenge überhaupt. Die Diastase verhält sich also ähnlich zur Kohlensäure, wie es Nasse für das Invertin und das Ferment des Speichels nachgewiesen hat (Pflüger's Arch. 15, 471). Nachdem ich dies erkannt und die Versuche entsprechend geändert, war es mir immer noch nicht möglich, gut stimmende Resultate bei Parallel-Versuchen zu erlangen. Diese traten erst ein, als ich beim Arbeiten im Kohlensäurestrom die letztere über die Flüssigkeit in den Verzuckerungsflaschen leitete, statt sie durch die Flüssigkeiten aus eine Flasche in die andere zu befördern. Es hat also wahrscheinlich die Ungleichheit des Druckes in den Flaschen bei letzterer Verfabrungsweise die Verschiedenheit der Resultate veranlasst. Meine Arbeitsweise hat sich in Folge dessen jetzt folgendermaassen gestaltet.

#### a) Im Kohlensäurestrom.

Die bestimmte Menge guter, geruchloser, lufttrockener Stärke von bekanntem Wassergehalt, meist 2, 2,5 oder 3, selten mehr, höchstens 5 g wird im Erlenmeyer'schen Kolben mit wenig kaltem Wasser angerührt, dann mit kochendem verkleistert und zwar in solcher Menge, dass nach dem nun folgenden Kochen die Flüssigkeit grade das bestimmte Volumen von 150 oder 200 ccm, je nach der angewandten Stärkemenge angenommen hat. Ein Strich am Kolben giebt dies Maass mit hinreichender Genauigkeit an. Das Kochen soll dem Kleister eine gleichförmige Beschaffenheit geben und wird 5—7 Min. hindurch fortgesetzt. Die Kolben kommen dann zusammen in ein grosses Wasserbad, das mittelst Thermostaten constant auf 55° C. erhalten wird, und werden durch Gummipfropfen und Glasröhren derart verbunden, dass der nun in Gang gesetzte Kohlensäureapparat seinen Strom über die Flüssigkeiten aus einer Flasche in die andere sendet. Ist die Luft in diesen durch Kohlensäure verdrängt und die Temperatur im Apparat constant, so setze ich nach leisem Lüften der Stopfen den Malzauszug, meist 5 ccm eines kalten Auszugs von 5 g

gemahlenem Gerstenluftmalz zu 1 Liter, aus einer Bürette hinzu. Während der Verzuckerung wird die Kohlensäuredurchleitung fortgesetzt, nach der Beendigung derselben die Diastase durch Einsetzen der Flaschen in kochende Wasserbäder getödtet, die Flüssigkeit im Maasskolben auf 200, 250 oder 500 ccm gebracht und mittelst Fehling'scher Lösung der Zucker bestimmt. Von letzterer wende ich je 20 ccm an; der Titre ist durch Einstellung auf reine Glucose in einer Lösung, deren Concentration der der zu titirenden Flüssigkeit möglichst gleich ist, ermittelt. Unter diesen Umständen soll die Titration nach Sohlet (Chem. Centralbl. 1878, No. 14, 15) bis auf 0,2 pCt. der vorhandenen Zuckermenge genaue Resultate ergaben.

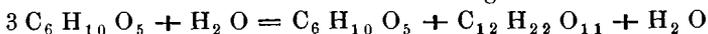
Anmerkung. Das Ende der Titration habe ich meist am Farbenwechsel erkannt. Liess die Beschaffenheit der Flüssigkeit dies nicht zu, so leistete mir die Ferrocyankaliumreaction in folgender bequemer Form gute Dienste. Man legt zwei Streifchen weisses Filtrirpapier übereinander und bringt auf den oberen einen Tropfen der auf Kupfer zu prüfenden Lösung. Diese filtrirt dann auf den zweiten Streifen hindurch, während das aufgeschwemmte Kupferoxydul auf dem oberen zurückbleibt. Nach dem Abheben desselben bringt man auf den unteren einen Tropfen mit Essigsäure versetzter Ferrocyankaliumlösung und erkennt an der Rothfärbung des Papiers etwaigen Kupfergehalt der Flüssigkeit. Man kann bei Anwendung dieser Miniaturfiltration ohne merklichen Fehler viele Kupferproben derselben Titirflüssigkeiten vollführen, während das bisherige Verfahren der Filtration die Wiederholung des ganzen Versuches erheischte.

#### b) Bei Kohlensäureabschluss.

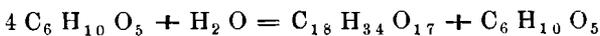
Verfahren wie oben, nur wird der Malzauszug mit ausgekochtem Wasser bereitet, die Verzuckerungskolben ebenfalls während des Kochens mit Kohlensäureabsorptionsapparaten so verbunden, dass nur kohlenstofffreie Luft in dieselben hineingelangen kann.

Ich gebe in Folgendem 2 Versuche als Beispiele einer grossen Zahl entsprechend ausgefallener. Versuch 1 zeigt die Differenzen zwischen der Verzuckerung bei Kohlensäuregegenwart und Kohlensäureabschluss zu Gunsten der ersteren, endlich wie Versuch 2, dass nach einiger Zeit ein Maximum der Zuckerbildung eintritt, Versuch II zeigt zugleich die gewonnene Uebereinstimmung bei Parallelversuchen.

In Betreff des Maximums muss bemerkt werden, dass dasselbe von dem überhaupt Erreichbaren noch ziemlich weit entfernt ist. Nimmt man nach O'Sullivan für die diastatische Umsetzung der Stärke die Formel:



an, so müssen 100 Th. Stärke im Maximum 70,37 Th. Maltose, nach der Märcker'schen



## V e r s u c h I.

1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
Nummer des Versuchs	Dauer des Versuchs	ob mit CO <sub>2</sub> oder nicht	Farbreaction nach dem Versuch	verbraucht cm auf 20 cm (Fehling)	Gesamt-Maltose.	Maltose aus 5 cm Malz	Maltose aus Stärke	Auf 100 Th. Stärke Theile Maltose	1 Th. Malz gab Maltose
6	$\frac{1}{3}$ Std.	+	blau	39.5	0.363 g	0.003 g	0.360 g	22.05	14.4
3	-	-	-	16.5	0.0868	-	0.0838	5.13	3.35
5	1 -	+	-	28.3	0.506	-	0.503	30.8	20.12
2	-	-	-	69	0.208	-	0.205	12.55	8.20
1	2 $\frac{1}{4}$ -	+	-	17.8	0.805	-	0.802	49.11	32.08
4	-	-	-	55.5	0.258	-	0.255	15.61	10.20
a	4 -	+	blauviolett	15	0.961	-	0.958	58.67	38.32
b	-	-	blau	63.5	0.225	-	0.222	13.59	8.88
8	7 -	+	-	15.4	0.930	-	0.927	56.77	37.08
c	-	-	-	65	0.220	-	0.217	13.29	8.68

## V e r s u c h II.

c	3 Std.	+	blauviolett	13.5	1.061 g	0.003 g	1.058 g	64.79	42.32
a	-	+	blau	13.6	1.053	-	1.050	64.3	42.0
8	4 -	+	-	13.2	1.085	-	1.082	66.26	43.28
6	-	+	-	13	1.102	-	1.099	67.3	43.96
1	5 $\frac{1}{2}$ -	+	-	13	1.102	-	1.099	67.3	43.96
5	-	+	-	13.6	1.053	-	1.050	64.3	42.0

aber 80.9 Th. Maltose liefern. In Versuch II beträgt das Maximum aber nur 67.3, also in jedem Fall zu wenig, abgesehen davon, dass auch der Nachweis überschüssiger Stärke durch Jod bei allen Versuchen das Vorhandensein des absoluten Maximums ausschliesst. Aus der Bildung eines abgegrenzten Quantums Zucker durch eine bestimmte Menge Ferment bei Vorhandensein eines Stärkeüberschusses muss gefolgert werden, dass die Diastase ebenso bei der Verzuckerung sich aufbraucht, wie es von Saschutin für das Pyalin nachgewiesen ist<sup>1)</sup>, also auch nicht unbegrenzte Mengen Stärke verzuckern kann<sup>2)</sup>. Nach meinen bisherigen Versuchen kann ein Theil trocknes Gerstenmalz ungefähr 60—70 Theile Stärketrockensubstanz verarbeiten.

Verbraucht je 2 g Stärke von 18.33 pCt. H<sub>2</sub>O-Gehalt, verkleistert zu 150 cc, aufgefüllt zu 200 cc. 5 cc Malzauszug von 5 g Gerstenluftmalz (Vers. I und II mit verschiedenen Sorten) zu 1 l Maischtemperatur 45°. Titre der Fehling'schen Lösung:

20 cc = 0.04773 g Glucose = 0.0716 g Maltose.

Correctur für Maltose aus 5 cc Malz stets 0.003 g nach übereinstimmenden Versuchen mit verschiedenen Malzsorten. Die Angabe in Columne 9 bezieht sich auch auf trockene Stärke. Die bis jetzt erhaltenen Resultate sind mithin:

1) Die verzuckernde Wirkung der Diastase wird durch Kohlensäure beschleunigt.

2) Die bei Kohlensäurezutritt gebildete Zuckermenge ist grösser, als die bei Kohlensäureabschluss erhaltene.

3) In beiden Fällen tritt meist nach 2½—4 Stunden auch bei Stärkeüberschuss ein Maximum der Zuckerbildung ein.

Es scheint ferner festzustehen, dass Druck bei Kohlensäuregegenwart die Zuckerbildung und zwar in ungünstigem Sinne beeinflusst. Desgleichen zeigten vorläufige Versuche, dass geringe Mengen Milchsäure die günstige Wirkung der Kohlensäure zu vernichten im Stande sind, ferner, dass die Verzuckerung in einer Kohlensäureatmosphäre mit heftiger Absorption derselben verbunden ist. Ob diese Absorption rein physikalischer oder physikalisch-chemischer Natur, kann ich noch nicht entscheiden.

Versuche über die Beeinflussung der Verzuckerung durch Druck, Concentration, Temperatur, Säuren u. s. w. sollen bald in Angriff genommen werden und bitte ich mir dies Gebiet noch einige Zeit zu reserviren.

Berlin, Laborat. d. Versuchsstat. d. Ver. deutsch. Spiritusfabrik.

1) Arch. f. Anat. u. Physiol., Reichert u. Du Bois-Reymond, 1871, 305.

2) Vergl. auch Grützner, Pflüg. Arch. 1876, 285.