

# Über eine neue Methode zur quantitativen Bestimmung der Saccharose neben anderen Zuckerarten

(vorläufige Mitteilung)

von

Adolf Jolles in Wien.

(Vorgelegt in der Sitzung am 7. Juli 1910.)

Verschiedene Zuckerarten wie Dextrose, Lävulose, Invertzucker, Rohrzucker, Maltose, Mannose, Galaktose, Arabinose, Laktose und Rhamnose wurden auf ihre Zersetzungsfähigkeit in alkalischen Lösungen untersucht. Mit Ausnahme des Rohrzuckers zeigten alle erwähnten Zuckerarten einen starken Abfall der Drehung des polarisierten Lichtes schon in  $0\cdot01$  normaler Natronlauge. Zum Unterschied von den anderen Zuckerarten geht Dextrose sogar in so verdünnter alkalischer Lösung ( $\frac{1}{100}$  normal) auf 0. Der Abfall der Drehung wurde messend verfolgt. Er ist in seinem Wesen auf die von Lobry du Bruyn und van Eckenstein<sup>1</sup> beobachtete Erscheinung zurückzuführen.

Die Untersuchung ergab, daß dem Zerfall der Zuckerarten, gemessen am verminderten Drehungsvermögen, ein Verbrauch des zugesetzten Alkalis parallel läuft, so zwar, daß bei bestimmten Versuchsbedingungen, wie z. B. bei einprozentiger

---

<sup>1</sup> Rec. d. tr. chim. d. Pays-Bas, 14, 156, 203; 16, 262. Berl. Ber., 28, 3078; Z. 45, 949, 1090; 47, 1026.

Dextroselösung in 0·01normalem Alkali, das Reaktionsgemisch nach 24 Stunden (sobald der Nullpunkt erreicht war) sauer reagierte. Die Ursache der Säurebildung ist auf die Oxydationsfähigkeit alkalischer Zuckerlösungen durch den Luft-sauerstoff zurückzuführen. Dies wurde bewiesen, indem in einem Versuch die Säurebildung durch Luftabschluß unter einer Mineralölschicht verhindert wurde.

Die Oxydationsprodukte der alkalischen Zuckerlösungen, sowohl mit wie ohne Zuhilfenahme von Oxydantien (wie  $H_2O_2$ ;  $Ag_2O$ ), wurden untersucht und in allen Fällen ließen sich in Übereinstimmung mit anderen Autoren vorwiegend Ameisensäure, daneben Acetaldehyd, Alkohol, Essigsäure, Milchsäure konstatieren.

Aus den zahlreichen diesbezüglichen Versuchsreihen seien für die vorläufige Mitteilung folgende herausgegriffen:

### Versuch I.

Vorhanden; Einprozentige Dextroselösung.

0·01 normale NaOH.

Temperatur 37° C.

Nach Stunden	Polarisation	Titration
0	$3\cdot0^\circ = 0\cdot980\%_{10}$ Dextrose	$0\cdot009975$ n. $OH^-$
1	$2\cdot9^\circ = 0\cdot947\%_{10}$ >	$0\cdot009900$
3	$2\cdot1^\circ = 0\cdot686\%_{10}$ >	$0\cdot009600$
5	$1\cdot2^\circ = 0\cdot392\%_{10}$ >	$0\cdot009150$
7	$0\cdot7^\circ = 0\cdot228\%_{10}$ >	$0\cdot008350$
24	$0^\circ$	$0\cdot000385$ n. $H^+$
26	$0^\circ$	$0\cdot000400$
30	$0^\circ$	$0\cdot000460$
72	$0^\circ$	$0\cdot000500$

Als Indikator diente Methylorange, bei den letzten Titrationen wegen vorhandener Gelbfärbung Phenolphthalein.

## Versuch II.

Vorhanden: Einprozentige Saccharoselösung.  
 0·01 normale NaOH.  
 Temperatur 37° C.

Nach Stunden	Polarisation	Nach Stunden	Polarisation	Nach Stunden	Polarisation
0	3·9°	7	3·9°	168	3·9°
1	3·9°	24	3·9°	336	3·95°
3	4·0°	30	4·0°		
5	3·9°	48	3·9°		

Die Tatsache, daß Rohrzucker in alkalischer Lösung zum Unterschied von den anderen Zuckerarten unverändert blieb, legte den Gedanken nahe, diese Eigenschaft zur Ausarbeitung einer quantitativen Bestimmung von Saccharose neben anderen Zuckerarten zu verwenden.

Die im Hinblick darauf angestellten Versuche ergaben, daß die Methode in der Tat, und zwar in drei Modifikationen, verwertbar ist.

I. Nach dreiviertelstündigem Kochen am Rückflußkühler in 0·1 normaler alkalischer Lösung ist die Drehung der Dextrose und der anderen Zuckerarten bereits null, die Drehung der Saccharose dagegen unverändert.

II. Die zweite Modifikation besteht darin, daß man im Lintner'schen Druckfläschchen oder im Bombenrohr die Zuckerlösung in 0·1 normaler alkalischer Lösung durch drei Viertelstunden im kochenden Wasserbad erhitzt.

Ein viertel- oder halbstündiges Kochen (vom Beginn des Kochens an gerechnet) genügt nicht.

III. Die Reaktion kann auch bei Dextrose, Lävulose, Invertzucker, Maltose, Laktose derart verfolgt werden, wie oben zur Feststellung der Reaktionsgeschwindigkeit angegeben, nämlich durch 24stündiges Stehenlassen einer zehntelnormalalkalischen Lösung im Trockenschrank bei 37° C. in geschlossenen Flaschen. Um die Verlässlichkeit und Reproduzierbarkeit der Methode darzulegen, habe ich aus meinen zahlreichen Versuchen eine Anzahl tabellarisch zusammengestellt und in nachstehender Tabelle vereinigt:

Nr.	Zusammensetzung der Lösung	Art des Erhitzens	Dauer des Erhitzens	Drehung. In den Fällen, in denen eine Bräunung eintrat, wurde mit Bleiacetatlösung versetzt; bei den Resultaten ist die Verdünnung bereits berücksichtigt	Modifikation
1	Zu 50 <i>cm</i> <sup>3</sup> zirka fünfprozentiger Saccharoselösung [ $\alpha = +5.95^\circ$ ] wurden 0.5 g = 1% Dextrose zugesetzt [ $\alpha = +6.80^\circ$ ]. Die Lösung war 0.1 normal alkalisch.	am Rückflußkühler im kochenden Wasserbad	30 Minuten vom Beginn des Kochens	+6.10	I
2		detto	3 Viertelstunden vom Beginn des Kochens	+5.90	I
3		im Bombenrohr im kochenden Wasserbad	15 Minuten vom Beginn des Kochens	+6.60	II
4		detto	30 Minuten vom Beginn des Kochens	+6.40	II
5		detto	45 Minuten vom Beginn des Kochens	+5.80	II
6		im Linner'schen Druckfläschchen im kochenden Wasserbade	45 Minuten vom Beginn des Kochens	+5.72	II
7		im geschlossenen Glasfläschchen bei 37° C.	24 Stunden	+5.90	III

8		am Rückflußkühler im kochenden Wasserbad	45 Minuten vom Beginn des Kochens	+5·86	I
9	Zu 50 cm <sup>3</sup> fünfprozentiger Saccharoselösung [ $\alpha = +5 \cdot 82^\circ$ ] wurden 1 g Dextrose = 2% <sub>0</sub> zugesetzt [ $\alpha = +7 \cdot 83^\circ$ ]. Die Lösung war 0·1 normal alkalisch	im Lintner'schen Druckfläschchen im kochenden Wasserbad	45 Minuten vom Beginn des Kochens	+5·88	II
10		detto	45 Minuten vom Beginn des Kochens	+5·82	II
11		im geschlossenen Glasfläschchen bei 37° C.	24 Stunden	+5·80	III
12		am Rückflußkühler im kochenden Wasserbad	45 Minuten vom Beginn des Kochens	+5·72	I
13	Zu 50 cm <sup>3</sup> fünfprozentiger Saccharoselösung [ $\alpha = +5 \cdot 95^\circ$ ] wurden 0·5 g = 1% Lävulose zugesetzt. [ $\alpha = +4 \cdot 61^\circ$ ]. Die Lösung war 0·1 normal alkalisch	im Bombenrohr im kochenden Wasserbad	45 Minuten vom Beginn des Kochens	+5·82	II
14		im Lintner'schen Druckfläschchen im kochenden Wasserbad	45 Minuten vom Beginn des Kochens	+5·80	II
15		detto	45 Minuten vom Beginn des Kochens	+5·82	II
16		im geschlossenen Glasfläschchen bei 37° C.	24 Stunden	+5·92	III

Nr.	Zusammensetzung der Lösung	Art des Erhitzens	Dauer des Erhitzens	Drehung. In den Fällen, in denen eine Bräunung eintrat, wurde mit Bleiacetatlösung versetzt; bei den Resultaten ist die Verdünnung bereits berücksichtigt.	Modifikation
17		am Rückflußkühler im kochenden Wasserbad	45 Minuten vom Beginn des Kochens	+5.78	I
18	Zu 50 cm <sup>3</sup> zirka fünfprozentiger Saccharoselösung [ $\alpha = +5.82^\circ$ ] wurden 1 g = 2% Lävulose zugesetzt [ $\alpha = +3.76^\circ$ ]. Die Lösung war 0.1 normal alkalisch	im Lintner'schen Druckfläschchen im kochenden Wasserbad	45 Minuten vom Beginn des Kochens	+5.78	II
19		detto	45 Minuten vom Beginn des Kochens	+5.80	II
20		im geschlossenen Fläschchen bei 37° C.	24 Stunden	+5.80	III
21	Zu einer Saccharoselösung [ $\alpha = +25.4$ ] wurde 1% Invertzucker zugesetzt und 0.1 normal alkalisch gemacht	im Lintner'schen Druckfläschchen im kochenden Wasserbad	45 Minuten vom Beginn des Kochens	+25.5	II

Aus diesen Zahlen geht hervor, daß Saccharose in beliebiger Konzentration neben anderen Zuckerarten quantitativ bestimmt werden kann, wenn unter den festgestellten Bedingungen der Gehalt an Dextrose oder Lävulose oder Invertzucker etc. 2% nicht übersteigt.

Alle drei Modifikationen geben befriedigende Resultate.

Insbesondere liefert Modifikation III vorzügliche Ergebnisse und hat außerdem noch den Vorteil, daß nur eine minimale Verfärbung eintritt. Sie wird sich demzufolge bei Schiedsgerichtsanalysen eignen, wo es sich um absolut exakte Zahlen handelt.

In der Praxis wird die Methode namentlich dort Verwendung finden, wo es darauf ankommt, eine rasche Kontrolle des Saccharosegehaltes für den Betrieb zu haben, wenn der Analytiker vorher über die beiläufigen Konzentrationsverhältnisse so weit orientiert ist, als es zur Ausführung der Methode erforderlich ist.

Ferner ist die Methode gut geeignet zur Untersuchung von Nahrungs- und Genußmitteln, wie Wein, Milchzucker, Himbeersaft, Marmeladen etc., wobei der Grad der Verdünnung durch die Polarisation nach der Inversion bekannt wird.

---