

Die Bestimmung von Glycerin in pflanzlichem Material

Von

Ruth MEISSNER

(Aus dem Institut für Landw. Botanik der Universität Berlin)

Eingelangt am 29. September 1950

Wir bedienen uns des Acetin-Verfahrens von BENEDIKT und CANTOR 1888, bei dem Glycerin durch Kochen mit Essigsäureanhydrid quantitativ in Triacetin überführt wird. Löst man es sodann in Wasser und neutralisiert die freie Essigsäure genau mit Natronlauge, so läßt sich die Menge des in Lösung befindlichen Triacetins durch anschließendes Verseifen mit Natronlauge und Zurücktitrieren der überschüssigen Natronlauge mit Salzsäure bestimmen.

Bei der Ausführung des Versuches wird das zu untersuchende glyzerinhaltige Material im Vakuum bei 50° bis zur vollständigen Trockenheit eingedampft, dann über Phosphorpentoxyd nachgetrocknet. Es werden 2 g Natriumazetat und 5 g Essigsäure anh. zugegeben und eine Stunde lang verestert. Nach dem Abkühlen werden 50 ccm 80° C warmes Wasser zugefügt und das Ganze wird auf höchstens 80° C erwärmt, um den Kolbeninhalt zu lösen. Nach dem Erkalten werden sämtliche Schliffe sorgfältig gespült. Der Kolbeninhalt wird durch ein mit Säure und reichlich Wasser gewaschenes Filter in einen Jenaer Literkolben filtriert, das Filtrat nachgewaschen und die Lösung mit Phenolphthalein versetzt. Man läßt abkühlen und neutralisiert erst sehr sorgfältig mit 2 n, schließlich mit 0,5 n Natronlauge, auf keinen Fall aber konzentrierter, da sonst das Triacetin schon vorzeitig verseift wird. Nach dem Zusatz eines bestimmten Überschusses von n/1 Natronlauge wird die Lösung am Rückflußkühler 15 Minuten lang schwach im Sieden gehalten, dann sehr schnell abgekühlt und mit n/1 Salzsäure zurücktitriert.

Bei der Durchführung dieser Methode ist unbedingt darauf zu achten, das Verhältnis von Natriumazetat zu Essigsäure anhyd. streng nach der Vorschrift zu halten. Löst sich der Natriumazetat-Eisessigbrei nicht beim Erwärmen, das sehr vorsichtig am Rückflußkühler geschehen muß, so sind wenige Tropfen Wasser hinzuzufügen, doch müssen noch einige Klümpchen Na-Azetat in der Lösung bleiben, die sich bei fortschreitender Veresterung lösen. Ist bereits kurz nach dem Ansetzen der Veresterung alles gelöst, so wird diese nicht vollständig.

Die Formel für die Berechnung lautet: 1 ccm verbrauchte n/1 NaOH = 30,66 mg Glycerin. Der Wirkungsbereich dieser Methode be-

ginnt also bei 30 mg Glycerin. Entsprechend der zu erwartenden Menge Glycerin muß Natronlauge vorgelegt werden.

Um die Brauchbarkeit der Methode zu prüfen, wurde eingewogenes, vorher getrocknetes Glycerin vorgelegt. Wiedergefunden wurden 99,0%, 99,4%, 99,0%.

Da das glyzerinhaltige Material stets in wäßriger oder alkoholischer Lösung vorliegt, wurde eingewogenes Glycerin in Wasser, in \pm wasserhaltigem und in fast wasserfreiem Alkohol aufgeschwemmt, im Vakuum bei 50° der Alkohol abdestilliert, der Rückstand über Phosphorpentoxyd getrocknet und dann das Glycerin bestimmt. Vom vorgelegten Glycerin wurden wiedergefunden:

89,07%	90,19%	88,34%
91,29%	89,59%	90,40%
91,89%	89,36%	91,06%
89,95%	90,88%	Mittelwert = 90,18 \pm 0,32

Da die Ergebnisse um 90% des vorgelegten Materials liegen, kann dieser Punkt als fest angenommen werden. Die 10% Differenz sind offenbar auf Destillationsverluste zurückzuführen.

Liegt ein Zucker-Glycerin-Gemisch vor, so werden die Zucker erst bei 37° C vergoren. Dann wird die Hefe abzentrifugiert und das Filtrat wieder im Vakuum zur Trockene eingeengt.

Bei einer Gärzeit von 45 Minuten wurde vom Glycerin des Glycerin-Glukose-Gemisches wieder ca. 90% des vorgelegten Materials wiedergefunden, nämlich:

90,13%	88,81%
90,95%	89,45%
90,72%	89,46%
88,51%	Mittelwert = 89,72 \pm 0,35

Bei einer Vergärungszeit von 2 Stunden wurde vom Glycerin des Glycerin-Glukose-Gemisches durchschnittlich etwa 87% wiedergefunden, und zwar:

89,72%	90,91%	88,72%	85,35%
84,73%	84,75%	88,96%	89,63%
85,08%	86,95%	87,17%	85,57%
85,56%		Mittelwert = 87,16 \pm 0,60	

Bei einer Gärzeit von 3 Stunden wurde vom vorgelegten Glycerin des Glycerin-Glukose-Gemisches wiedergefunden:

62,55%	67,17%	69,61%
66,76%	81,69%	74,55%
76,74%	74,38%	83,11%
82,38%		Mittelwert = 73,89 \pm 2,3

Die Ergebnisse schwanken hier ziemlich stark um 74%.

Hierbei erhebt sich nun die Frage, worauf der Glycerinverlust bei längerer Vergärungszeit zurückzuführen ist: wurde das Glycerin a) vergoren oder b) assimiliert. Um festzustellen, ob die gewöhnliche Bierhefe, mit der gearbeitet wurde, Glycerin angreift, wurden die verschiedensten Versuchsserien mit der WARBURG-Apparatur angesetzt. Versuche, bei denen sowohl Glycerin zusammen mit Zucker wie nur Glukose vergoren wurden, zeigen übereinstimmende Ergebnisse, aus denen hervorgeht, daß Glycerin von unserer Hefe nicht angegriffen wird. Ansätze, denen außer Hefe nur Glycerin zugesetzt worden war, zeigten keine Erhöhung der Eigengärung: ein weiterer Beweis, daß Glycerin nicht von unserer Bierhefe vergoren wird. Der Glycerinschwund ist offensichtlich auf Assimilation durch die Hefe zurückzuführen, was besonders stark nach erfolgtem Zuckerverbrauch eintritt, womit sich die schwankenden Ergebnisse nach dreistündiger Gärzeit erklären lassen. Es empfiehlt sich darum, bei größeren Zuckermengen nicht die Gärzeit, sondern die Hefemengen zu erhöhen.

Die Hefesuspension wurde nach der Vorschrift von WEICHSEL 1937 hergestellt. Die untergärige Frischhefe wird 12 Stunden unter fließendem Leitungswasser ausgewaschen, scharf abgesaugt und mit dest. Wasser nachgespült. Der Hefekuchen bleibt, im Eisschrank aufbewahrt, 6—8 Tage verwendungsfähig. 10 g Hefe werden in 55 ccm Wasser und 5 ccm Puffer vom pH 4,9 aufgeschwemmt und 2 Stunden lang autolysiert. WEICHSEL 1937 gibt an, daß 0,7—2 mg Zucker von 1 ccm Hefesuspension in 45 Minuten vergoren werden. Entsprechend der Zuckermenge in dem zu untersuchenden pflanzlichen Material muß die Hefezugabe erfolgen. Der Zucker muß restlos weggegoren werden, da er die Bestimmung stört und dann Glycerinwerte liefert.

Z u s a m m e n f a s s u n g

Zur Bestimmung von Glycerin in zuckerhaltigem pflanzlichem Material wurde auf die bewährte Methode von BENEDIKT und CANTOR zurückgegriffen. Da vorhandener Zucker stört und Glycerinwerte liefert, wird er durch Zugabe von Hefe vergoren und der dabei entstandene Alkohol im Vakuum bei niederer Temperatur abdestilliert. Liegt das glyzerinhaltige Material in einer alkoholischen Lösung vor, so muß auch hier erst der Alkohol quantitativ entfernt werden.

Die Methode gibt sehr genaue Ergebnisse, jedoch ist sie erst bei Glycerinmengen ab 30 mg anwendbar.

S c h r i f t t u m

- BENEDIKT R. und CANTOR M. 1888. Über die Bestimmung des Glycerin-
 gehaltes von Rohglyzerinen. Monatsh. Chem. 21: 521—526.
 WEICHSEL A. 1937. Zuckerbestimmung durch Vergärung im Warburg-
 Apparat. Planta 26: 19.

ZOBODAT - www.zobodat.at

Zoologisch-Botanische Datenbank/Zoological-Botanical Database

Digitale Literatur/Digital Literature

Zeitschrift/Journal: [Phyton, Annales Rei Botanicae, Horn](#)

Jahr/Year: 1950

Band/Volume: [2_4](#)

Autor(en)/Author(s): Meissner Ruth

Artikel/Article: [Die Bestimmung von Glycerin in pflanzlichem Material. 316-318](#)