

Zeitschrift: Mitteilungen aus dem Gebiete der Lebensmitteluntersuchung und Hygiene = Travaux de chimie alimentaire et d'hygiène
Herausgeber: Bundesamt für Gesundheit
Band: 28 (1937)
Heft: 3

Artikel: Zur direkten Stärkebestimmung
Autor: Fellenberg, Th. von / Werder, J.
DOI: <https://doi.org/10.5169/seals-982890>

Nutzungsbedingungen

Die ETH-Bibliothek ist die Anbieterin der digitalisierten Zeitschriften. 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. [Siehe Rechtliche Hinweise.](#)

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. [Voir Informations légales.](#)

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. [See Legal notice.](#)

Download PDF: 02.02.2025

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

Zur direkten Stärkebestimmung.

Von Dr. Th. von FELLEBERG.

(Aus dem Laboratorium des Eidg. Gesundheitsamtes, Vorstand: Prof. Dr. J. Werder.)

Kürzlich veröffentlichten *Valencien* und *Terrier*¹⁾ eine Arbeit über die Stärkebestimmung in Tafelsenf, worin sie auf eine Schwierigkeit meiner Methode²⁾ aufmerksam machen, welche darin besteht, dass bei Anwesenheit gewisser Schutzkolloide die Ausflockung der Stärke stark verzögert wird. Sie ziehen daher vor, die in Calciumchlorid gelöste Stärke nach *Mannich* und *Lenz*³⁾ polarimetrisch zu bestimmen. Dies hat aber wieder den Nachteil, dass nur sehr kleine Drehwinkel zur Ablesung kommen, da sich nur recht verdünnte Lösungen bereiten lassen.

Die erwähnte Publikation gab mir Veranlassung, meine Bestimmungsmethode in bezug auf ihre Verwendbarkeit bei Tafelsenf nachzuprüfen und sie daran anschliessend auch in einigen wesentlichen Punkten zu verbessern.

Diese Punkte betreffen:

1. Die Vorbehandlung, um stets mit Sicherheit eine gute Ausflockung der Stärke zu erhalten.
2. Das Verkochen mit Calciumchlorid, speziell bei sauren Nahrungsmitteln.
3. Die Klärung der endgültigen Stärkelösung vor der Verbrennung.

Auf die Schwierigkeit der Ausflockung der Jodstärke bei Mahlprodukten weist auch *Terrier*⁴⁾ hin. Ich habe sie seinerzeit besonders bei Kleie empfunden und suchte ihr durch eine mehrfache Fällung zu begegnen⁵⁾. Viel einfacher und wirksamer ist aber eine Vorbehandlung mit 60%igem Alkohol, die ich jetzt anwende und allgemein empfehlen möchte.

Das hauptsächlichste Schutzkolloid, welches bei Mahlprodukten störend wirkt, ist das Gliadin. Da sich dieser Eiweisskörper in 50—60%igem Alkohol sehr leicht löst, viel leichter, als in schwächerem und stärkerem Alkohol, und da Stärke darin vollständig unlöslich ist, ja nicht einmal aufquillt, so dass sie auch aus der Suspension sehr rasch wieder ausfällt, eignet sich dieses Lösungsmittel ausgezeichnet zu einer Abtrennung des Gliadins. Ein zweimaliges Schütteln mit dem Alkohol und Abzentrifugieren genügt vollkommen. Wird Kleie so behandelt und darauf mit Calciumchloridlösung gekocht und die Lösung nach dem Verdünnen filtriert und mit Jodjodkaliumlösung versetzt, so flockt die Jodstärke momentan grobdispers aus und kann gleich abzentrifugiert werden. Unterlässt man aber die Vorbehandlung oder ersetzt sie etwa durch eine Behandlung mit Wasser, so erhält man zunächst

¹⁾ Mitt. 27, 377, 1936.

²⁾ Mitt. 19, 51, 1928.

³⁾ Z. U. N. G. 40, 1, 1920.

⁴⁾ *J. Terrier*, Le dosage de l'amidon dans les produits de la mouture du blé, thèse Université de Genève, 1936.

⁵⁾ Mitt. 8, 55, 1917.

eine schwarzblaue Färbung und erst nach längerer Zeit einen feindispersen Niederschlag, der etwas weniger angenehm zu verarbeiten ist als der nach der Vorbehandlung mit 60%igem Alkohol erhaltene grobdisperse.

Wie bei Kleie, so wirkt die Vorbehandlung mit Alkohol auch bei Mehl, Kindermehl, Brot, also bei allen gliadinhaltigen Ausgangsmaterialien ausgezeichnet. Bei Tafelsenf war die Wirkung nicht so ausgesprochen; er enthält offenbar Schutzkolloide, welche in 60%igem Alkohol unlöslich sind. Hingegen genügte die Behandlung, um die ätherischen Oele und die Hauptsache des Farbstoffs zu entfernen. Man erhielt schliesslich etwas feinere Ausflockungen der Jodstärke als bei den Weizenmahlprodukten; nach 15 bis 30 Minuten langem Stehen liessen sie sich aber stets gut auszentrifugieren. Wirkliche Schwierigkeiten traten also auch bei Senf nicht auf. Proben von 4 verschiedenen Fabriken verhielten sich im wesentlichen gleich.

Wohl die grössten Schwierigkeiten bei der Stärkebestimmung bietet Brot. Die Stärke ist hier derart in fremde Kolloide, vor allem in Eiweisskörper eingebettet, dass es nicht so leicht ist, sie quantitativ herauszulösen. Auch hier wird natürlich durch eine vorgängige Behandlung mit 60%igem Alkohol die Ausfällung der Stärke begünstigt. Diese Behandlung gewährleistet aber noch nicht die gute Lösung der Stärke. Wenn man nach beendigter Calciumchloridbehandlung filtriert, den unlöslichen Anteil gründlich auswäscht und mit Jodlösung prüft, erhält man noch eine starke Blaufärbung. Lässt man aber der Alkoholbehandlung eine Behandlung mit Wasser folgen, wobei noch allerhand Stoffe gelöst und die unlöslichen Proteinstoffe aufgequollen werden, so wird dadurch die Lösung der Stärke ganz bedeutend erleichtert.

Die Behandlung mit Wasser darf aber nicht etwa so geschehen, dass die im Brot enthaltene Diastase Gelegenheit findet, die Stärke abzubauen. Dieser Abbau wird besonders begünstigt, wenn die Behandlung etwa mit heissem Wasser erfolgt, ganz verhindert wird sie, wenn kaltes Wasser verwendet wird, welchem man sogleich einige Tropfen Jod-Jodkaliumlösung zusetzt. Der Jodzusatz ist auch deshalb günstig, weil man dann nach dem Zentrifugieren leicht feststellen kann, ob sich die Stärke gut abgesetzt hat. Wird nun der Rückstand des wässrigen Auszugs mit Calciumchlorid gekocht, so geht die Stärke leicht in Lösung. Bei Verwendung von 0,1 g getrocknetem und fein verriebenem Brot genügte ein 4 Minuten langes Kochen mit 5 cm³ Calciumchloridlösung, wobei ständig mit einem Glasstab gerührt wurde. Der Rückstand war sozusagen stärkefrei.

Bei sauren Materialien ist allgemein darauf zu achten, dass keine Säure mehr vorhanden ist, wenn mit Calciumchlorid gekocht wird, weil sonst Stärke abgebaut würde. In der Regel ist die Entfernung der Säure schon durch die zweifache Extraktion mit Alkohol gewährleistet. Sie genügte auch bei Tafelsenf, um die Essigsäure zu entfernen. Wo noch letzte Säurereste vorhanden sein sollten, lassen sie sich leicht durch Zusatz einiger mg Calciumcarbonat beim Verkochen mit Calciumchlorid unschädlich machen. Während man so

bei Tafelsenf mit und ohne Calciumcarbonat genau denselben Wert erhielt, fand man bei Brot ohne diesen Zusatz 56,0, mit dem Zusatz 57,2% Stärke.

Ein gewisser Uebelstand, der öfters etwas zu hohe Resultate zur Folge hat, besteht darin, dass die Filtration der Calciumchloridlösung meist nicht zu ganz klaren Lösungen führt. Diese Filtration kann auf verschiedene Weise erfolgen. Am günstigsten ist eine Vorfiltration durch feine Seidengaze. Dadurch werden die grobflockigen Bestandteile, wie Kleiepartikel, entfernt. Nun kann eine Filtration durch einen mit Asbest beschickten Goochtiegel folgen. Man kann die durch Gaze geseigte Lösung aber auch auszentrifugieren, falls man über eine leistungsfähige Zentrifuge verfügt. 20 Minuten langes Zentrifugieren auf 3500 Touren pro Minute wirkt sehr gut. Die Lösung ist dann zur Fällung mit Jodlösung bereit.

Nachdem die Jodstärke ausgefällt, auszentrifugiert und zweimal mit 60%igem Alkohol gewaschen ist, um alle löslichen Verunreinigungen, so auch das anhaftende Kaliumjodid zu entfernen, wird sie im Reagensglas mit Wasser verkocht und liefert dann eine konzentrierte Stärkelösung, welche mit Bichromat-Schwefelsäure verbrannt werden soll. Im Gegensatz zu früher nehme ich die Fällung der Stärke und das Abkochen des Jods nicht mehr in Reagensgläsern gewöhnlichen Formats, sondern in solchen von 17—18 mm Durchmesser vor, um zu verhüten, dass beim Abkochen Blasen bis an den Rand hinaufsteigen.

Die Stärkelösung, die man schliesslich bekommt, ist oft etwas trüb; sie enthält die Trübbestandteile, welche bei der Filtration durch das Filter hindurchgegangen sind, nun in angereicherter Menge. Auch gewahrt man gelegentlich kleine Schlieren, die offenbar von Eiweiss Spuren herrühren. Obschon diese Verunreinigungen nicht gerade bedeutend sind, erhöhen sie doch das Resultat um einen gewissen Betrag. Ihre Entfernung geschieht durch Verdünnen der Stärkelösung auf ein bestimmtes Gewicht und gründliches Ausschleudern der Flüssigkeit. Ein 10 Minuten langes Zentrifugieren auf 2500 Touren pro Minute gab gute Resultate. Die klare Lösung wird dann abgossen und ein aliquoter Teil davon verbrannt.

In einer Kleie fand man ohne Abtrennung der suspendierten Verunreinigungen 5,03% Stärke, nach dem Abzentrifugieren 4,88%. Dabei war auf eine gründliche Filtration kein Gewicht gelegt worden. Wenn der Fehler auch hier nicht gerade hoch erscheint, so dürfte er doch bei stärkereichen Materialien stärker in Betracht fallen.

Die endgültige Vorschrift, welche für das Lebensmittelbuch vorgesehen ist, lautet folgendermassen. Auf die Besonderheiten bei der Bestimmung in Brot wird dabei nicht Rücksicht genommen, weil die Stärkebestimmung in Brot im Lebensmittelbuch nicht vorgesehen ist.

Methode der Stärkebestimmung.

Reagentien: Calciumchloridlösung, hergestellt durch Lösen von geschmolzenem Calciumchlorid in der gleichen Menge Wasser. Falls die Lösung gegen Azolitmin alkalisch reagiert, wird sie genau neutralisiert.

Alkohol von 60 Vol. %.

0,2 n-Kaliumbichromatlösung.

0,2 g Substanz werden in einem Reagensglas von 18 mm Durchmesser zweimal mit ungefähr 10 cm³ 60%igem Alkohol geschüttelt und einige Minuten in einer *Gerber'schen* Milchzentrifuge ausgeschleudert, worauf die Flüssigkeit abgegossen wird. Der Rückstand wird, falls es sich um Mehl handelt, mit 10, falls es sich um stärkearme Materialien wie Kleie, Tafel- senf u. dgl. handelt, mit 5 cm³ Calciumchloridlösung versetzt und vor- sichtig zum Sieden erhitzt. Bei stärke reichen Materialien hält man 10 bis 15 Minuten, bei stärke armen 5 Minuten lang unter Umrühren mit einem Glas- stab in ganz leichtem Sieden. Nach dem Erkalten verdünnt man die Lösung auf ein bestimmtes Volumen, 50 oder 100 cm³ und giesst sie durch eine feine Seidengaze, um vorerst die gröbern Bestandteile abzutrennen. Die durchgeseihte Flüssigkeit wird entweder sehr scharf auszentrifugiert oder unter Absaugen durch Asbest filtriert. Von dem Filtrat werden je nach dem zu erwartenden Stärkegehalt 10—25 cm³ zur Ausfällung der Stärke in einem genau tarierten Reagensglas von 18 mm Durchmesser tropfenweise bis zur deutlichen Braunfärbung der Flüssigkeit mit 0,1 n-Jodlösung ver- setzt. Die Jodstärke flockt entweder sofort oder nach einigen Stehen aus. Nachdem sie sich gesetzt hat, zentrifugiert man aus, giesst die überstehende Flüssigkeit ab und wäscht den Rückstand unter Auszentrifugieren zwei- mal mit 10 cm³ 60%igem Alkohol. Man setzt nun 1 cm³ Wasser zum Rückstand, schüttelt auf und kocht die Flüssigkeit möglichst weitgehend ab, wobei das Jod entweicht und die Stärke in Lösung geht. Um sicher die letzten Spuren Alkohol zu entfernen, wiederholt man das Abkochen noch- mals mit 1 cm³ Wasser.

Die so erhaltene konzentrierte Stärkelösung ist selten ganz klar und muss durch Zentrifugieren von den Trübbestandteilen getrennt werden. Man wägt und verdünnt sie mit Wasser auf 4, bei grössern Stärkemengen auf 6—8 g, giesst sie in ein kleines Zentrifugierröhrchen, schleudert sie gründ- lich aus (z. B. 10 Minuten bei 2500 Touren pro Minute), giesst die klare Lösung vom geringen Bodensatz ab und verwendet davon 1—2 cm³ davon zur Verbrennung mit Bichromat und Schwefelsäure. Die notwendige Menge der 0,2 n-Bichromatlösung richtet sich nach der vorhandenen Stärkemenge. In einem Vorversuch wird 1 cm³ Stärkelösung mit 1 oder 2 cm³ Bichromat- lösung und 6 cm³ konzentrierter Schwefelsäure versetzt. Wenn die Lösung olivgrün wird und innert einer Minute nicht nach Grasgrün umschlägt, so genügt die Bichromatmenge; wird die Lösung aber ausgesprochen grün, so fügt man weitere kleine Bichromatmengen hinzu, bis der gewünschte Ueber- schuss erreicht ist.

Beim Hauptversuch versetzt man 1—2 cm³ Stärkelösung in einem ge- räumigen Reagensglas mit der notwendigen Menge Bichromatlösung, fügt anderthalb- bis zweimal soviel reine, konzentrierte Schwefelsäure hinzu wie Flüssigkeit vorhanden ist und lässt die Mischung nach dem Umschwen- ken 15 Minuten stehen. Man verdünnt nun unter Abkühlen mit zwanzigmal soviel Wasser wie Schwefelsäure verwendet worden ist, setzt ca. 0,2 g

Kaliumjodid hinzu und titriert das ausgeschiedene Jod unter Verwendung löslicher Stärke als Indikator mit 0,1 n-Thiosulfatlösung zurück. Durch einen Blindversuch wird der Wirkungswert der Thiosulfatlösung festgestellt.

Die Verbrennungsgleichung lautet:



1 cm³ n-Bichromat entspricht 6,75 mg Stärke.

Note sur l'analyse des colorants.

Par Dr. JEAN DESHUSSES, chimiste au Laboratoire cantonal de Genève.

L'analyse d'un colorant est une opération difficile en raison du fait que le chimiste ne dispose que de quelques réactions caractéristiques et spécifiques pour différencier un grand nombre de matières colorantes. Le plus souvent, lorsqu'il est appelé à faire l'analyse d'un colorant, il effectue un triage sommaire en vérifiant la solubilité du colorant dans les dissolvants usuels (eau, alcool, etc.). Ensuite, il fixe le colorant sur de la laine ou de la soie et compare les fibres colorées avec des écheveaux de laine ou de soie teints avec des colorants purs. Cet examen lui permet de faire un second triage. En examinant les écheveaux colorés à la lumière de Wood, l'identification d'un certain nombre de colorants est aisée. Enfin, il caractérise le colorant en utilisant les réactions que donnent les acides concentrés et dilués, la soude caustique à 10% et divers autres réactifs.

*P. Balavoine*¹⁾ a rendu un signalé service en rappelant les propriétés physiques (solubilité dans l'eau, dans l'alcool, couleur de la laine teinte, etc.) et les réactions des colorants admis par l'Ordonnance fédérale du 23 février 1926. Il a proposé pour l'analyse de ces colorants une technique opératoire que nous utilisons couramment dans notre laboratoire.

L'analyse par touche et par coloration de la laine, telle que nous venons de l'exposer très brièvement, ne conduit à un résultat précis que dans le cas où l'on a affaire à un colorant pur. Dès qu'il s'agit d'un mélange de colorants, les réactions colorées obtenues avec les acides concentrés ou dilués, avec la soude caustique, de même que la couleur de la laine ne sont que la résultante de l'action de plusieurs colorants. Ainsi, le colorant qui teint la laine en brun chocolat est en réalité un mélange de trois colorants: jaune, rouge et bleu. Jusqu'ici on renonçait à analyser de tels mélanges et l'on se bornait à constater le mélange de colorants après avoir projeté par insufflation une petite quantité de colorant sur un papier filtre humide.

Chargé récemment d'analyser des matières colorantes pour denrées alimentaires, je me suis efforcé de trouver une méthode pour séparer les

¹⁾ *P. Balavoine*, Mitt. Lebensm. u. Hyg. T. 21, p. 28 (1930).