

**Ligninbestimmung.** A. SOLER und A. CARRASCO<sup>1</sup> verglichen die Methode der Ligninbestimmung nach A. G. NORMAN und S. H. JENKINS<sup>2</sup> mit der nach G. J. RITTER, R. M. SEBORG und R. L. MITCHELL<sup>3</sup> an Espartogras (*Stipa Tenacissima*). Bei beiden Methoden erfolgt zuerst ein Zerkleinern, Vermahlen und Extraktion mit einem Gemisch Benzol—Alkohol (1:1) im Soxhlet; dann wird wie folgt gearbeitet: 1. *Methode von RITTER.* 2 g Substanz, deren Trockengewicht bestimmt wird, werden 2 Std mit 25 ml 72% iger Schwefelsäure bei 20° C aufgeschlossen, dann wird auf 3% Schwefelsäure verdünnt, filtriert, bis zur Neutrealisation gewaschen und bei 100—105° C getrocknet. — 2. *Methode von NORMAN.* 2 g Substanz werden mit 1 Liter 3% iger Schwefelsäure 1 Std lang am Rückfluß aufgeschlossen. Hierauf wird filtriert, zuerst mit Wasser, dann mit Alkohol gewaschen, getrocknet und gewogen. — Nach RITTER werden höhere Werte erhalten, was die Verf. auf unvollständige Hydrolyse (nicht in Lösung gegangene Hydrate von Dextrinen) zurückführen. Bewiesen wird diese Behauptung durch einen wesentlich höheren Gehalt an Hydroxylgruppen in dem nach RITTER bestimmten Lignin, während der Verlust an Methoxylgruppen beim Aufschluß nach beiden Methoden gleich ist.

IRMGARD SCHWEITZER

**Über den Nachweis und die colorimetrische Bestimmung von Canavanin (CV) ( $\alpha$ -Amino- $\delta$ -guanidinoxybuttersäure), in Pflanzensamen, insbesondere denen von *Colutea arborescens*,** berichten W. R. FEARON und E. A. BELL<sup>4</sup>. Werden 5 ml einer CV-haltigen Lösung mit Phosphatpuffer von pH 7, hergestellt durch Auffüllen einer Mischung von 29,54 ml 0,2 n Natronlauge und 50 ml prim. Kaliumphosphatlösung mit dest. Wasser auf 500 ml, und daraufhin mit 5 Tropfen einer 1% igen Lösung von Pentaacyanoammoniumferrat [ $\text{Na}_3\text{Fe}(\text{CN})_5\text{NH}_3$ ] (PCAF) in kupferfreiem dest. Wasser, die nach der Herstellung 1 Std dem Licht und der Luft ausgesetzt worden war, versetzt, so entwickelt sich langsam eine purpurrote Färbung, die sich beschleunigt bildet, wenn 1 Tropfen 1% ige wäßrige Kaliumpersulfatlösung zugefügt wird. Beim Alkalisieren der Reaktionslösung mit 5 Tropfen 5 n Natronlauge verschwindet die Purpurfärbung, doch können bei gleichzeitiger Anwesenheit anderer Stoffe neue Farbtöne auftreten. — Zur Durchführung der colorimetrischen CV-Bestimmung wird zunächst eine Eichkurve hergestellt, indem je 0,2, 0,4, 0,6 usw. bis 2,0 ml einer 1,0 mg CV/ml enthaltenden Standardlösung mit 0,5 ml PCAF versetzt und daraufhin mit Pufferlösung auf 10 ml ergänzt werden. Nach dem Mischen und 40 min langem Stehen im zerstreuten Tageslicht wird die Extinktion des Farbstoffes unter Zwischenschaltung eines Blaugrünfilters „303“ gemessen. Als Blindprobe dient eine Mischung von 0,5 ml PCAF und 9,5 ml Phosphatpuffer. Analog wird 1 ml der zu analysierenden CV-haltigen Lösung behandelt.

K. SÖLLNER

**Zum Nachweis einiger nicht flüchtiger organischer Säuren besonders Oxalsäure im Tabak,** bzw. bei der Erzeugung von Citronensäure aus Tabak, wo die Lösung bedeutende Schwefelsäuremengen enthält, arbeiteten T. PERLUSZ und K. JENEY<sup>5</sup> eine papierchromatographische Methode aus. Das günstigste Lösungsmittel ist eine

<sup>1</sup> An. Real Soc. españ. Física Quím., Ser. B, 99—106 (1954). Inst. „Alonso Barba“ del C.S.I.C., Univ. Murcia (Spanien).

<sup>2</sup> Biochemic. J. 28, 2147 (1934); 31, 1567 (1937); vgl. auch diese Z. 136, 397 (1952).

<sup>3</sup> Ind. Engng. Chem., anal. Edit. 4, 202 (1932); vgl. diese Z. 100, 66 (1935).

<sup>4</sup> Biochemic. J. 59, 221—224 (1955). Trinity College, Dublin, und King's College, London.

<sup>5</sup> Magyar Kémiai Folyóirat 61, 13—17 (1955) [Ungarisch] (m. engl. Zus.fass.). Tabakforschungsinstit., Budapest.

Mischung von Xylol und Butanol (1:1), da hier Schwefelsäure nicht stört. Die Behinderung der Dissoziation der Säuren gelang durch Sättigen des Lösungsmittelgemisches mit 0,1 n Salzsäure. Das Filterpapier (Sch. & Sch. Nr. 597) wird ebenfalls mit 0,1 n Salzsäure getränkt und dann bei Raumtemperatur getrocknet. Die Chromatogramme werden 3 Std bei 92° C getrocknet und mit einem Gemisch von 10 ml 0,04%iger alkoholischer Bromthymolblaulösung und 4 ml Acetatpuffer nach MICHAELIS (pH 5) entwickelt. Die Säuren (Wein-, Citronen-, Äpfel-, Adipin-, Oxal-, Milch-, Bernstein-, Malein- und Fumarsäure) werden gut getrennt, bloß die Flecke der Malein- und Bernsteinsäure liegen nahe beieinander. Auf Grund der Mitteilung von R. B. FISCHER, D. S. PARSANS und R. HOLMES<sup>1</sup>, wurde aus der mittels Planimeter gemessenen Ausdehnung der Flecke, die quantitative Bestimmung der Säuren mit einer Genauigkeit von 6,6—14,6% durchgeführt.

J. PLANK

**Die Genauigkeit und die Fehlergrenzen bei Analysen von Getreide und Futtermitteln** diskutieren S. R. MILES und F. W. QUAKENBUSH<sup>2</sup> in einer umfassenden Arbeit. Auf Grund zahlreicher Untersuchungen bezüglich des Proteingehaltes, des Stickstoffgehaltes, des Phosphatgehaltes, des Fettgehaltes und des Gehaltes an Asche werden die einzelnen Faktoren, die zur Abweichung der Analysendaten vom Standardwert führen, besprochen. Ferner vergleichen Verf. in langen Tabellen die bei der Durchführung unter verschiedenen Bedingungen erhaltenen Ergebnisse untereinander und ermitteln Faktoren, mit deren Hilfe die durchschnittliche Abweichung vom theoretischen Wert errechnet werden kann. DORIS HEILIGMANN

**Über die Bestimmung des Wassergehaltes in Kleber und in süßen Futterstoffen** berichten W. R. FETZER und L. C. KIRST<sup>3</sup>. Auf Grund einer Reihe von Versuchen mit verschiedenen Futtermitteln, z. B. Klebermehl, Sojamehl und einem Melassepräparat, konnten Verf. jeweils für das betreffende Präparat die geeignetsten Methoden angeben. Zur Untersuchung wurden folgende Methoden angewandt: Trocknen im Vakuum bei 95—100° C, die Toluoldestillationsmethode, Trocknen über 2 Std bei 135° C, die Benzoldestillationsmethode, ferner die Methode nach J. E. CLELAND und W. R. FETZER<sup>4</sup>. Zur Bestimmung von Wasser in temperaturempfindlichen Stoffen empfehlen Verf. die Destillationsmethode mit Benzol, dagegen kann das Trocknen bei 135° C nicht empfohlen werden. Bei der Destillation mit Toluol sollte die Destillationsdauer genau 1 Std betragen. Bei Methoden, bei denen gleichzeitig ein Verlust durch Zersetzung oder Veränderung der Substanz eintritt, sollten die Temperatur und die Trockendauer genau eingehalten werden.

DORIS HEILIGMANN

**Über die Bestimmung des Gesamt-, Protein- und Sulfat-Schwefels in pflanzlichen Futtermitteln** berichten K. SCHARRER und J. JUNG<sup>5</sup>. Es ist für die ernährungsphysiologische Beurteilung des Futters notwendig, nicht nur den Gesamtschwefel, sondern auch Protein- und Sulfatschwefel zu bestimmen. Für die Bestimmung des Gesamtschwefels wird die Methode von F. W. KLINGSTEDT<sup>6</sup> mit geringen Änderungen empfohlen. Bei dieser Methode wird das pflanzliche Material durch

<sup>1</sup> Nature (London) **164**, 183 (1949).

<sup>2</sup> J. Assoc. off. agric. Chemists **38**, 108—130 (1955). Purdue Univ., Lafayette, Ind. (USA).

<sup>3</sup> J. Assoc. off. agric. Chemists **38**, 130—140 (1955). Clinton Foods Inc., Clinton, Iowa (USA).

<sup>4</sup> Ind. Engng. Chem., anal. Edit. **13**, 858 (1941).

<sup>5</sup> Z. Tierernähr. Futtermittelkunde **10**, 25—31 (1955). Justus-Liebig-Hochschule Gießen.

<sup>6</sup> Diese Z. **112**, 101 (1938).