

Über die Chloracetylierung und Molekulargröße des Glykogens.

Von

cand. med. et phil. **E. von Knaffl-Lenz.**

(Aus dem Chemischen Institut der Universität Graz.)

(Der Redaktion zugegangen am 23. September 1905.)

Im hiesigen Laboratorium wurden in den letzten Jahren mehrere Arbeiten über die Chloracetylprodukte der Kohlehydrate mit Erfolg ausgeführt. So hat Bodart¹⁾ ein Chloracetylprodukt des Milchzuckers, Förg²⁾ der Maltose, König³⁾ der Cellobiose, Geinsperger⁴⁾ der Cellulose, Menter⁵⁾ und später Sirk⁶⁾ der löslichen Stärke dadurch erhalten, daß die Kohlehydrate mit Essigsäureanhydrid, das mit trockenem Salzsäuregas gesättigt war, in Bombenröhren behandelt wurden. Als Verseifungskörper der Chloracetylprodukte wurden je nach der Intensität und Dauer der Einwirkung des Anhydrids entweder das ursprüngliche Kohlehydrat oder hydrolytische Spaltungsprodukte derselben erhalten. Die Intensität der Einwirkung konnte dadurch erhöht werden, daß man die Temperatur, bei der die Sättigung vorgenommen wurde, herabsetzte oder die Temperatur, bei der das Agens einwirkte, erhöhte. So erhielt Menter⁷⁾ bei der stärksten Einwirkung des obgenannten Agens auf lösliche Stärke Glukose, bei schwächerer Maltose, bei noch schwächerer Erythroextrin als Hauptmenge des Verseifungsproduktes, Sirk⁸⁾

¹⁾ Inauguraldissertation, Monatshefte 1902, Bd. XXIII, S. 1.

²⁾ Monatshefte für Chemie, Bd. XXIII, S. 40.

³⁾ Inauguraldissertation, Skraup und König, Monatshefte 1901, Bd. XXII, S. 1011.

⁴⁾ Inauguraldissertation, Monatshefte 1905.

⁵⁾ Inauguraldissertation, Monatshefte 1905.

⁶⁾ Inauguraldissertation, Monatshefte 1905.

⁷⁾ Inauguraldissertation, Monatshefte 1905.

⁸⁾ Inauguraldissertation, Monatshefte 1905.

setzte die Arbeiten Menters fort und konnte als Verseifungsprodukt lösliche Stärke gewinnen.

Aus dem Chlorgehalte der Chloracetylprodukte läßt sich auch ein Schluß auf das Molekulargewicht des Verseifungskörpers ziehen. Dies war die Veranlassung, das Glykogen einer analogen Behandlung zu unterziehen, insbesondere als das Glykogen, das, wie aus der enormen diesbezüglichen Literatur zu ersehen ist, noch wenig Gegenstand rein chemischer Untersuchungen gewesen ist. Es dürfte mit der Umständlichkeit und Kostspieligkeit der Darstellung zusammenhängen.

Versuche, das Molekulargewicht zu bestimmen, wurden bereits von Sabannejeff¹⁾ auf dem Wege der kryoskopischen Methode gemacht. Er fand für $M = 1545$ und 1625 , woraus er das Molekulargewicht für $(C_6H_{10}O_5)_{10}$ mit 1620 berechnete.

In allerjüngster Zeit wurden von Gatin-Grużewska²⁾ äußerst sorgfältige kryoskopische Bestimmungen des Molekulargewichtes des Glykogens ausgeführt. Aus ihren Untersuchungen geht hervor, daß die Bestimmungen Sabannejeffs wertlos sind und daß das Glykogen entweder in Wasser schwer löslich und sein Molekulargewicht ungemein groß ist oder das Glykogen in Wasser unlöslich und dann sein Molekulargewicht ungemein groß sein kann. Wenn man die Löslichkeit annimmt, so ergäbe sich als Grenzwert für das Molekulargewicht des Glykogens eine Zahl, die über $140\,000$ liegt.

Diese Resultate finden auch durch die vorliegende Arbeit eine Bestätigung.

Wie eingangs erwähnt, wurde das Glykogen analog den dort zitierten Arbeiten der Chloracetylierung unterzogen. Aus dem Reaktionsprodukte wurde der in Benzol schwerst lösliche Anteil isoliert. Trotz der gründlichsten Reinigungsversuche gelang es nicht, daraus einen chlorfreien Körper zu isolieren, auch blieb der Chlorgehalt trotz wiederholter Fraktionierungen konstant, weswegen angenommen werden muß, daß die Substanz einheitlich ist und Chlor chemisch gebunden enthält. Die Chlorbestimmung ergab einen Gehalt von $0,15\%$, die Acetylbestim-

¹⁾ Sabannejeff, Chem. Zentralblatt, Bd. XCI, S. 10.

²⁾ Gatin-Grużewska, Pflügers Archiv, Bd. CV, S. 282.

mung Werte für $C_6H_7O_5(C_2H_3O)_3$ also für ein Triacetat. Bei der Annahme, daß nur ein Atom Chlor eingetreten ist, läßt sich das Molekulargewicht bei einem Chlorgehalt von 0,15% auf 23 630 für das Chloracetylprodukt berechnen.

Bei Anwendung der ebullioskopischen Methode ergab sich eine Siedepunktserhöhung von nur einigen Tausendstel-Graden, aus welcher sich ein Molekulargewicht von ca. 25 000 im Durchschnitt berechnen ließe.

Daraus ergäbe sich eine Übereinstimmung der genannten nach beiden Methoden erhaltenen Molekulargewichte, und somit der Schluß, daß nur ein Atom Chlor in das Molekül eingetreten sei. Wenn man jedoch in Betracht zieht, daß die unvermeidlichen, wenn auch noch so geringen Verunreinigungen der zu bestimmenden Substanz mit Körpern von kleinerem Molekulargewichte schon eine Erhöhung von einigen Tausendstel-Graden hervorrufen können und somit bei der Berechnung zu niedrige Werte ergeben würden, so kann man den auf ebullioskopischem Wege ermittelten Molekulargrößen von Körpern mit hohem Molekulargewichte nur insofern Bedeutung beimessen, als man — die Anwendbarkeit der Methode für vorliegenden Fall vorausgesetzt — daraus mit einiger Sicherheit den Schluß ziehen kann, daß die mit dieser Methode ermittelten Zahlen einen Mindestwert ausdrücken. Daraus folgt mit großer Wahrscheinlichkeit, daß mehr als ein Atom Chlor eingetreten und das Molekulargewicht daher ein Vielfaches von 23 630 ist.

Aus dem Chloracetylprodukte wurde ein chlorfreies Acetat dargestellt. Als Verseifungsprodukt desselben wurde Glykogen jedoch nicht zurückerhalten, sondern ein Körper, der nach seinen Eigenschaften als ein Dextrin, das dem Glykogen sehr nahe steht, bezeichnet werden muß. Es stimmt mit seinen Eigenschaften mit keinem der in Beilsteins Handbuch angeführten Dextrine überein, obwohl, wie die Löslichkeitsbestimmungen ergaben, das vorliegende Dextrin sicher rein und einheitlich ist. Es muß daher als ein neues noch nicht bekanntes Dextrin bezeichnet werden. Es unterscheidet sich dadurch vom Glykogen, daß es sich in Wasser ohne Opaleszenz löst und Fehlingsche Lösung in äußerst geringem Grade reduziert. Mit Jod gibt es

eine Färbung, die der des Glykogens äußerst ähnlich ist und sich von ihr nur dadurch unterscheidet, daß sie um eine Nuance lichter ist und einen Stich ins Gelbliche hat. Auch ist die Löslichkeit in 50%igem Alkohol ungefähr 40 mal größer als die des Glykogens. In seiner elementaren Zusammensetzung entspricht es der Formel $C_6H_{10}O_5$.

Das optische Drehungsvermögen ist dem des Glykogens nahezu gleich. Während das des Glykogens¹⁾ $[\alpha]_D = 196,63^\circ$ beträgt, beträgt das des vorliegenden Dextrins $[\alpha]_D = 192,1$. Mit Phenylhydrazin reagiert es nicht.

Bei der Annahme, daß das Molekulargewicht des Acetats 23 630 beträgt, ergibt sich für das Verseifungsprodukt das Molekulargewicht von 16 350 oder, da $C_6H_{10}O_5 = 162$ ist, die Formel $(C_6H_{10}O_5)_{100}$. Nach dem früher Bemerkten erscheint es jedoch wahrscheinlich, daß die wirkliche Größe ein Vielfaches davon ist. Da dieses Dextrin ein hydrolytisches Spaltungsprodukt des Glykogens ist, muß das Molekulargewicht des letzteren noch größer sein.

Experimenteller Teil.

Darstellung des Glykogens.

Das zu der Arbeit verwendete Glykogen wurde aus Pferdeleber nach der von Brücke angegebenen Methode gewonnen.

Es wurde die Leber eines 4—5 Tage reichlich mit Hafer und Heu gefütterten Pferdes sofort nach dem Tode in kleine Stücke zerteilt und zehn Minuten in siedendem destillierten Wasser (20 l) gekocht. Die Leberstücke wurden hierauf rasch in einer Wurstpresse zu Brei verkleinert, der in dem Wasser, dem jetzt 200 g Kaliumhydroxyd zugefügt waren, bis zur vollständigen Lösung der Lebersubstanz weiter gekocht wurde. Die abgekühlte Lösung, die 15 l betrug, wurde durch abwechselnden Zusatz von Quecksilberjodidjodkalium und Salzsäure vom Eiweiß befreit. Aus der filtrierten Flüssigkeit wurde das Glykogen durch Zusatz des doppelten Volumens 96%igen Alkohols ausgefällt, absitzen gelassen, dekantiert, wiederholt mit starkem Alkohol

¹⁾ Huppert, Diese Zeitschrift, Bd. XVIII, S. 137.

übergossen, auf ein Filter abgesaugt und schließlich mit absolutem Alkohol und Äther nachgewaschen.

Das so erhaltene Produkt hatte alle charakteristischen Eigenschaften des Glykogens und war frei von Stickstoff, wie sich aus der Probe nach Lassaigne¹⁾ ergab. Behufs weiterer Reinigung wurde es noch zweimal aus Wasser mit Alkohol umgefällt. Die Menge des so gereinigten Glykogens betrug vacuumtrocken ungefähr 400 g, das sind ca. 10% des Lebergewichtes.

Darstellung des Chloracetylproduktes.

Zur Darstellung eines Chloracetylproduktes wurden 60 g vacuumtrockenen Glykogens mit 240 g Essigsäureanhydrid, das bei -12° mit trockenem Salzsäuregas gesättigt war, in Bombenröhren bei Zimmertemperatur durch 20 Stunden geschüttelt. Der klare, ein wenig gelb gefärbte Inhalt der Röhren hinterließ beim Eindampfen im Vacuum einen gelb gefärbten, chlorhaltigen Rückstand, der leicht löslich war in Chloroform, Benzol, Aceton, Eisessig und Essigäther, schwer löslich in Äther, unlöslich in Wasser, Alkohol und Ligroin.

Um festzustellen, ob die Substanz einheitlich sei oder nicht, wurde sie in 900 g Benzol gelöst und einer fraktionierten Fällung unterzogen. Zu diesem Zwecke wurden zu der Lösung 300 g Ligroin zugesetzt und vom Niederschlage dekantiert. Dies wurde noch dreimal wiederholt, so daß auf diese Art vier Fraktionen erhalten wurden. Aus der im Vacuum eingegangenen Mutterlauge wurde durch Zusatz von Ligroin alles noch Gelöste ausgefällt und so eine fünfte Fraktion erhalten. Fraktion I betrug 39 g, Fraktion II 30 g, Fraktion III 14 g, Fraktion IV 6 g, Fraktion V 8 g. Sämtliche Fraktionen waren chlorhaltig und zwar stieg der Chlorgehalt mit der Löslichkeit.

Fraktion I	hatte einen Chlorgehalt von	0,87 %
" II	" " " "	" 1,14 %
" III	" " " "	" 1,66 %
" IV	" " " "	" 2,06 %
" V	" " " "	" 3,41 %

¹⁾ Annalen. Bd. XLVIII, S. 367.

Die Chlorbestimmungen wurden so ausgeführt, daß eine gewogene, gewichtskonstante Menge mit einer stark salpetersauren Silbernitratlösung am Dampfbade erwärmt und das abgeschiedene AgCl im Goochtiiegel gewogen wurde. Die Erreichung der Gewichtskonstanz für die Substanz stieß insofern auf Schwierigkeiten, als sie im Vacuum über Schwefelsäure sogar nach mehreren Tagen nicht vollständig erreicht werden konnte. Es gelang dies jedoch nach 10—12 Stunden, wenn man die Substanz bei einer Temperatur von 80—90° in einem konstanten, durch Schwefelsäure geleiteten Luftstrom von 15 bis 20 mm Quecksilberdruck trocknete. Um die durch Versuchsfehler bedingten Differenzen in den Chlorgehalten der einzelnen Fraktionen nach Möglichkeit zu eliminieren, wurde immer unter gleichen Bedingungen gearbeitet, d. h. es wurde gleichviel Substanz (ca. 1 g), gleichviel Salpetersäure und Silbernitrat und die gleiche Menge Waschwasser bei den Analysen verwendet.

Die Fraktion I wurde behufs Feststellung ihrer Einheitlichkeit in 100 g Benzol gelöst und dadurch in zwei annähernd gleichgroße Fraktionen (18 und 19 g) ausgefällt, daß zuerst 60, dann 100 g Ligroin zugefügt wurden. Der Chlorgehalt war wiederum verschieden und zwar enthielt:

Fraktion Ia 0,67% Chlor
 » Ib 0,92% »

Da es sich zeigte, daß die beiden Fraktionen aus einem ätherschwerlöslichen und ätherleichtlöslichen Anteil bestehen, wurde Fraktion Ia in 100 g Benzol gelöst und mit Äther fraktioniert gefällt, dadurch daß zuerst 80, dann 90, endlich 250 g Äther zugefügt wurden. Aus der Mutterlauge konnte durch weiteren Zusatz von Äther keine Fällung mehr erhalten werden, wohl aber mit Ligroin. Gewicht und Chlorgehalt der ätherschwerlöslichen Fraktionen waren folgende:

Fraktion Ia' 6 g 0,29% Chlor
 Ia'' 3 » 0,49% »
 » Ia''' 2 » 0,52% »

Aus der Benzollösung der Fraktion Ib wurde alles Ätherunlösliche ausgefällt und behufs Reinigung 10mal mit Äther aus Benzol umgefällt, bevor die analogen drei Ätherfraktionen

dargestellt wurden. Ihr Chlorgehalt war niedriger als der der Fraktion Ia. Er betrug für:

Fraktion Ib'	0,25%	Chlor
» Ib''	0,30%	»
» Ib'''	0,37%	»

Die Elementaranalysen gaben Zahlen für ein Triacetat.

I. 0,2040 g der Fraktion Ia' lieferten bei der Verbrennung:

0,1007 g H₂O und 0,3754 g CO₂.

II. 0,2329 g der Fraktion Ia'' lieferten bei der Verbrennung:

0,1169 g H₂O und 0,4256 g CO₂.

In 100 Teilen:

Gefunden:		Berechnet für
I.	II.	C ₆ H ₇ O ₅ (C ₂ H ₃ O) ₃ :
C 50,18%	49,84%	50,00%
H 5,52%	5,61%	5,60%
Cl 0,29%	0,52%	—

Nachdem die Substanzmengen für eine weitere Fraktionierung zu gering waren, wurden 150 g Glykogen in der früher erwähnten Art in Bombenröhren der Chloracetylierung unterworfen.

Der Inhalt der Röhren wurde im Vacuum eingedampft, in Benzol gelöst und daraus alles Ätherunlösliche ausgefällt. Die Ausbeute betrug ca. 140 g. Behufs Reinigung wurden diese 140 g aus wenig Benzol mit absolutem Äther 10mal so umgefällt, daß das gereinigte Produkt 110 g betrug, welches wiederum aus Benzol mit absolutem Äther in drei Fraktionen ausgefällt wurde, von denen

die I.	50 g	betrug	und	einen	Chlorgehalt	von	0,17%
» II.	40 »	»	»	»	»	»	0,13%
» III.	20 »	»	»	»	»	»	0,20%

hatte.

6 g der Fraktion I ergaben nach fünfmaligem Umfällen aus Benzol mit Äther 4 g mit einem Chlorgehalt von 0,13% (Fraktion Ia), 3 g dieser Fraktion nach dreimaligem Umfällen aus Chloroform mit Äther gegen 2 g mit einem Chlorgehalt von 0,15% (Fraktion Ia').

Die Mutterlaugen der Fraktion Ia wurden im Vacuum auf ein sehr kleines Volumen eingeeengt, mit Ligroin gefällt,

mit Äther gewaschen und betrug ca. 2 g mit einem Chlorgehalt von 0,19%. Für sämtliche Fraktionierungen wurde mit KNa-Legierung absolut gemachter Äther verwendet.

Da der Chlorgehalt durch diese wiederholten Umfällungen nicht beseitigt werden konnte und konstant blieb — die geringen Schwankungen sind wohl auf unvermeidliche Versuchsfehler zurückzuführen —, mußte angenommen werden, daß die Substanz einheitlich und der geringe Chlorgehalt keine Verunreinigung ist.

Die Elementaranalysen gaben sehr gut stimmende Zahlen für ein Triacetat.

0,2077 g der Fraktion II lieferten bei der Verbrennung:
0,1092 g H₂O und 0,3806 g CO₂.

In 100 Teilen:

Gefunden:	Berechnet für C ₆ H ₇ O ₅ (C ₂ H ₃ O) ₃ :
C 49,98 %	50,00 %
H 5,88 %	5,60 %
Cl 0,15 %	—

Die Substanz ist weiß, amorph, leicht löslich in Benzol, Chloroform, Eisessig, Essigäther, Aceton und unlöslich in Wasser, Alkohol und Äther.

Darstellung des chlorfreien Acetats.

Zur Darstellung des Acetats wurden 10 g Chloracetylprodukt in 80 g Eisessig gelöst und mit 0,1 g Silberacetat unter öfterem Umschütteln einen Tag lang stehen gelassen. Die mit Benzol verdünnte Lösung wurde mit Tierkohle gekocht und wiederholt filtriert, ohne daß es dadurch gelang, das kolloidale Chlorsilber ganz zu entfernen.

Um dies zu erreichen, wurde mit Ligroin vollständig ausgefällt und der Niederschlag in wenig heißem Benzol gelöst. Nach dem Erkalten und nach mehrstündigem Stehen hatte sich ein deutlicher Niederschlag gebildet, von dem die darüber befindliche Lösung dekantiert wurde. Erst nach mehrmaliger Wiederholung dieses Verfahrens gelang es, eine chlorsilberfreie Lösung zu erhalten. Das ausgefällte Produkt, das nach Beilstein¹⁾ auf Chlor geprüft wurde, war chlorfrei. Die physikalischen

¹⁾ Ber., Bd. V, S. 620.

Eigenschaften des Acetats stimmten mit denen des Chloracetats überein. Das Acetat sintert bei 165°, wird bei 180° durchsichtig und fließt bei 240° als zähflüssiger Tropfen zusammen.

Die Elementaranalyse gab folgende Werte:

- I. 0,1207 g Acetat lieferten bei der Verbrennung:
0,0548 g H₂O und 0,2213 g CO₂.
- II. 0,2141 g Acetat lieferten bei der Verbrennung:
0,1046 g H₂O und 0,3932 g CO₂.

In 100 Teilen:

Gefunden:		Berechnet für
I.	II.	C ₆ H ₇ O ₅ (C ₂ H ₃ O) ₃ :
C 50,01 %	50,09 %	50,00 %
H 5,08 %	5,47 %	5,60 %

Der Nachweis, daß die Substanz ein Triacetat sei, wurde auch noch durch die Acetylbestimmung nach Wenzel mit einer kleinen Modifikation erbracht.

0,5544 g Substanz wurden mit 10 ccm Methylalkohollösung, die 10% Na enthielt, verseift. Die Essigsäure wurde durch Kochen mit 20 ccm einer Lösung, die im Liter 100 g Metaphosphorsäure und 450 g trockenes Natriumphosphat enthielt, nach Zusatz von 3 g Schwefelsäure frei gemacht und in 100 ccm $\frac{1}{10}$ -Normalnatronlauge aufgefangen, wovon 60,40 ccm neutralisiert wurden, was einem Acetylgehalt von 46,80% entspricht.

Auf analoge Weise wurden 0,3755 g Substanz behandelt, dessen Essigsäure 35,95 ccm $\frac{1}{10}$ -Normalnatronlauge neutralisierte, was einem Acetylgehalt von 43,81% entspricht. Der berechnete Acetylgehalt des Triacetats beträgt 44,80%.

Das optische Drehungsvermögen wurde an einem Lippichschen Polarisationsapparate mit Natriumlicht bestimmt. Das Acetat war in Benzol gelöst. α gibt das Mittel von 10 gut übereinstimmenden Ablesungen an.

$$\begin{aligned} C &= 6,3824 \\ l &= 100 \text{ mm} \\ \alpha &= 8,446^\circ \\ t &= 20^\circ \\ [\alpha]_D &= + 132,34^\circ \end{aligned}$$

Molekulargewichtsbestimmungen.

Wenn man annimmt, daß in das Kohlehydrat nur 1 Atom Chlor eingetreten ist, so ergibt sich daraus durch Rechnung bei einem Chlorgehalt von 0,15% ein Molekulargewicht von 23630.

Die auf physikalischem Wege ermittelte Molekulargröße lieferte insofern eine Bestätigung, als in einem Falle keine Siedepunktserhöhung, in anderen Fällen nur eine Erhöhung von einigen Tausendstel-Graden konstatiert werden konnte. Die Bestimmungen wurden ebullioskopisch mit einem Beckmannschen Apparate ausgeführt. Als Lösungsmittel wurde reinstes Chloroform (dargestellt aus Salicylydchloroform) benützt.

14,99 g Chloroform (K = 35,9)

Substanzmenge	Siedepunktserhöhung	Molekulargewicht
0,1812 g	keine	—
0,4250 „	0,004	25940
0,6386 „	0,007	22280

14,12 g Chloroform (K = 35,9)

Substanzmenge	Siedepunktserhöhung	Molekulargewicht
0,1968 g	0,003	17045
0,7173 „	0,006	26600

Verseifungsprodukt.

Um zu entscheiden, ob die oben beschriebene Substanz das Triacetat des Glykogens oder das eines hydrolytischen Spaltungsproduktes desselben sei, wurde es verseift.

Zu diesem Zwecke wurden 13 g chlorfreies Acetat mit 130 ccm alkoholischer Kalilauge (7%) in der Kälte unter öfterem Umschütteln stehen gelassen. Nach 24 Stunden wurde abgesaugt und mit Alkohol gewaschen, in Wasser gelöst, mit Essigsäure neutralisiert, mit Tierkohle gekocht und schließlich in absoluten Alkohol hineinfltriert. Der Niederschlag wurde noch 5mal aus Wasser mit Alkohol umgefällt (5 g).

Dieses so gewonnene Verseifungsprodukt ist ein feines, weißes, amorphes Pulver, das sich sehr leicht in Wasser mit einer kaum merklichen Trübung löst. Die wässerige Lösung färbt sich mit Jodjodkaliumlösung braunrot, doch unterscheidet sich die Färbung von der des Glykogens dadurch, daß sie etwas mehr ins Gelbe schlägt und vollständig klar ist, während die

des Glykogens opalesziert. Mit Phenylhydrazin in essigsaurer Lösung reagiert es nicht. In alkalischer Lösung löst es Kupferoxydhydrat und reduziert dasselbe in sehr geringem Grade.

Zur Reduktionsbestimmung wurden 10 ccm einer Lösung, die 0,4756 g vacuumtrockener Substanz enthielt, mit 100 ccm Fehlingscher Lösung am Wasserbade erwärmt und das abgeschiedene Kupferoxydul als Kupferoxyd bestimmt. CuO wog 0,0424 g.

Bei einer zweiten Bestimmung wurden auf die gleiche Menge Substanz (0,4765 g) nur 10 ccm Fehlingscher Lösung verwendet. Die Reduktionsfähigkeit betrug in diesem Falle nur ungefähr den sechsten Teil der früheren, da nur 0,0072 g CuO gebildet wurden. Das Filtrat war kupferhaltig und setzte im Laufe von 36 Stunden kein Oxydul mehr ab. Die Elementaranalyse gab Werte für $C_6H_{10}O_5$.

I. 0,1781 g Substanz lieferten bei der Verbrennung:
0,1049 g H_2O und 0,2895 g CO_2 .

II. 0,2164 g Substanz lieferten bei der Verbrennung:
0,1389 g H_2O und 0,3523 g CO_2 .

III. 0,2502 g Substanz lieferten bei der Verbrennung:
0,1485 g H_2O und 0,4034 g CO_2 .

In 100 Teilen:

Gefunden:			Berechnet für $C_6H_{10}O_5$:
I.	II.	III.	
C 44,33 %	44,40 %	43,98 %	44,43 %
H 6,59 %	6,39 %	6,64 %	6,22 %

Sämtliche Verbrennungen wurden mit dem automatischen Verbrennungsofen nach Pregl gemacht.

Das optische Drehungsvermögen des Verseifungsproduktes wurde in wässriger Lösung an einem Lippichschen Apparate bei Natriumlicht bestimmt. α gibt das Mittel von 10 gut übereinstimmenden Ablesungen an.

$$\begin{aligned}
 c &= 4,6852 \\
 l &= 100 \text{ mm} \\
 \alpha &= 9^\circ \\
 t &= 20^\circ \\
 [\alpha]_D &= 192,1^\circ
 \end{aligned}$$

Löslichkeitsbestimmungen.

Schließlich wurden noch Löslichkeitsbestimmungen vom Verseifungskörper und von dem zur Chloracetylierung benützten Glykogen ausgeführt, um zu untersuchen, ob auch hierin ein Unterschied bestehe. Zu diesem Zwecke wurden je 1 g vom vacuumtrockenen Verseifungsprodukte und Glykogen in kleinen Fläschchen mit 10 ccm 50%igen Alkohols bei 16° C. im Thermostaten durch 4 Stunden geschüttelt. Die Lösungen wurden vollständig dekantiert, filtriert und aus einem Teile derselben der Trockenrückstand bestimmt. Mit dem Ungelösten wurde die Prozedur noch dreimal wiederholt.

Verseifungsprodukt		Glykogen	
I. Es gaben	3,2770 g Lösung	I. Es gaben	2,7665 g Lösung
	0,0375 » Rückstand		0,0028 » Rückstand
II. »	4,2623 » Lösung	II. »	3,1629 » Lösung
	0,0499 » Rückstand		0,0022 » Rückstand
III. »	3,2495 » Lösung	III. »	3,7709 » Lösung
	0,0379 » Rückstand		0,0012 » Rückstand
IV. »	5,4317 » Lösung	IV. »	4,6933 » Lösung
	0,0615 » Rückstand		0,0015 » Rückstand

Die in Lösung gegangene Menge gibt auf 100 Teile Lösungsmittel berechnet:

Verseifungsprodukt		Glykogen
I.	1,14 ‰	0,10 ‰
II.	1,17 ‰	0,07 ‰
III.	1,17 ‰	0,03 ‰
IV.	1,15 ‰	0,03 ‰

Die Löslichkeit des Verseifungsproduktes, die ungefähr 40mal größer ist als die des Glykogens, blieb, wie aus den Zahlen ersichtlich ist, konstant, was auch für die Reinheit und Einheitlichkeit des Produktes spricht. Die Abnahme der Löslichkeit des Glykogens wurde jedenfalls durch geringe Verunreinigung desselben mit Dextrinen verursacht.