

## Über die quantitative Bestimmung flüchtiger Fettsäuren.

(Notiz zu gleichlautender Arbeit von R. S. Caughey.)

Von

F. Edelstein und E. Welde, Berlin.

(Aus dem Kaiserin Auguste Victoria-Hause zur Bekämpfung der Säuglingssterblichkeit im Deutschen Reiche; Dirigent Prof. Langstein.)

(Der Redaktion zugegangen am 14. Juni 1911.)

Im letzten Heft dieser Zeitschrift hat R. S. Caughey<sup>1)</sup> die von uns<sup>2)</sup> beschriebene Methode der quantitativen Bestimmung flüchtiger Fettsäuren einer Kritik unterzogen; er hält dieselbe für die quantitative Ermittlung der freien flüchtigen Fettsäuren für brauchbar, erhebt jedoch für die Bestimmung der gebundenen flüchtigen Fettsäuren den Einwand, daß die in einer wässerigen Suspension im Vakuumdampf unter Zugabe von Phosphorsäure destillierten Faeces einer die Resultate beeinträchtigenden Hydrolyse unterliegen. Er faßt seine Resultate folgendermaßen zusammen: «Die Vakuumdampfmethode, wie sie zuerst von Welde für die quantitative Bestimmung freier flüchtiger Fettsäuren angewandt wurde, ist, abgesehen von den kleinen durch Schwankungen im Vakuum, durch die Dampfentwicklung und durch geringe Mengen von Milchsäure bedingten Fehlern, ziemlich genau, wenn die obenerwähnte Korrektur für Kohlensäure und flüchtige Phosphorsäure angebracht wird. Für die Bestimmung der Gesamtacidität ist sie jedoch ungenau und das Verfahren dauert viele Stunden.

Durch Darstellung eines alkoholischen Extraktes in der obenangegebenen Weise und durch Vakuumdampfdestillation

<sup>1)</sup> Robert S. McCaughey, Über die quantitative Bestimmung flüchtiger Fettsäuren in den Faeces. Diese Zeitschrift, 72. Bd., S. 140, 1911.

<sup>2)</sup> E. Welde, Eine neue quantitative Bestimmung flüchtiger Fettsäuren. Biochemische Zeitschrift, Bd. 28, S. 510, 1910. — Bahrdt, Edelstein, Langstein, Welde, Untersuchungen über die Pathogenese der Verdauungsstörungen im Säuglingsalter. Zeitschrift für Kinderheilkunde. 1. Bd., S. 139, 1910.

erlangt man schon in zwei Stunden Resultate, die fast übereinstimmend genau sind. Bei der Destillation einer wässerigen Aufschwemmung, wie Welde dies tut, unter Vakuumdampf mit Phosphorsäure von D — 1,12, ist es unmöglich, eine Endreaktion in zwei Stunden zu erhalten, wenn man auch nur 5 g Substanz nimmt.

Wir müssen demgegenüber betonen, daß wir (bei über 100 Destillationen von in Wasser aufgeschwemmten Faeces) andere Erfahrungen gemacht haben: Im allgemeinen verbrauchte die zweite Vorlage der Phosphorsäuredestillation durchweg  $\frac{1}{3}$ , sehr oft nur  $\frac{1}{5}$  des ersten Destillates an  $n_{10}$ -Natronlauge, nur in sehr wenig Fällen, wenn die Druckverhältnisse ungünstig waren (dann ist auf Augenblicke eine stärkere Erhitzung nicht zu vermeiden) haben wir im zweiten Destillat eine größere Menge Säuren als sonst beobachten können.

Allerdings muß man streng darauf achten, daß die Phosphorsäure mechanisch nicht mitgerissen wird, von der einige wenige Tropfen das Resultat vollkommen verändern. Wir haben deshalb sehr oft das Destillat auf Phosphorsäure geprüft.

McCaughey gibt folgendes Beispiel an: 15 g Stuhl wurde in Wasser aufgeschwemmt, auf 1000 ccm aufgefüllt, davon wurde  $\frac{1}{3}$  Volumen im Vakuumdampf unter Zugabe von 10 ccm Phosphorsäure von 1.12 D destilliert.

Das Destillat verbraucht in 1 Stunde	5.4	$n_{10}$ -NaOH.
» » » » 2 Stunden	3.4	»
» » » » 3 »	2.6	»
» » » » 4 »	1.7	»
» » » » 5 »	3.0	»
» » » » 6 »	1.3	»
	17.4	

Diesem Resultat stellten wir unsere aus verschiedenen Versuchen hervorgegangene gegenüber.

**Versuche von Stafford McLean und von v. Csonka. <sup>1)</sup>**

1. 5.69 g Stuhl schwachsauer, in etwa 150 Wasser suspendiert.

A. Destillation ohne Phosphorsäure.

1. 2.6 ccm  $n_{10}$ -NaOH.

2. 0,3 „ „

<sup>1)</sup> Diese Versuche werden demnächst an anderer Stelle publiziert werden.

## B. Destillation mit 7,5 ccm Phosphorsäure von D — 1,12.

1. 8,35 ccm  $n_{10}$ -NaOH.

2. 0,55 „ „

## II. 12,63 g Stuhl schwach sauer.

## A. Destillation ohne Phosphorsäure.

1. 1,0 ccm  $n_{10}$ -NaOH.

2. — „ „

## B. Destillation mit 7,5 ccm Phosphorsäure von D — 1,12.

1. 11,85 ccm  $n_{10}$ -NaOH.

2. 2,0 „ „

## III. 20,14 g Stuhl sauer.

## A. Destillation ohne Phosphorsäure.

1. 11,45 ccm  $n_{10}$ -NaOH.

2. 2,0 „ „

## B. Destillation mit 7,5 ccm Phosphorsäure von D — 1,12.

1. 11,3 ccm  $n_{10}$ -NaOH.

2. 1,15 „ „

## IV. 6,97 g Stuhl schwach sauer.

## A. Destillation ohne Phosphorsäure.

1. 2,4 ccm  $n_{10}$ -NaOH.

2. 0,3 „ „

## B. Destillation mit 7,5 ccm Phosphorsäure von D — 1,12.

1. 8,2 ccm  $n_{10}$ -NaOH.

2. 0,1 „ „

## V. 2,5 g Stuhl fast neutral.

## A. Destillation ohne Phosphorsäure.

1. 0 ccm  $n_{10}$ -NaOH (alkalischer Destillat!)

2. — „ „

## B. Destillation mit 7,5 ccm Phosphorsäure von D — 1,12.

1. 2,5 ccm  $n_{10}$ -NaOH.

2. 1,4 „ „

3. 0,9 „ „

## VI. 9,7 g Stuhl sauer.

## A. Destillation ohne Phosphorsäure.

1. 0,5 ccm  $n_{10}$ -NaOH.

2. — „ „

## B. Destillation mit 7,5 ccm Phosphorsäure von D — 1,12.

1. 8,4 ccm  $n_{10}$ -NaOH.

2. 0,4 „ „

## VII. 10,25 g Stuhl sauer.

## A. Destillation ohne Phosphorsäure.

1. 0,3 ccm  $n_{10}$ -NaOH.

2. — „ „

- B. Destillation mit 7,5 ccm Phosphorsäure von D — 1,12.
1. 8,8 ccm  $n/_{10}$ -NaOH.
  2. 1,8 „ „

VIII. 8,71 g Stuhl fast neutral.

- A. Destillation ohne Phosphorsäure.
1. 0,1 ccm  $n/_{10}$ -NaOH.
  2. — „ „
- B. Destillation mit 7,5 ccm Phosphorsäure von D — 1,12.
1. 10,4 ccm  $n/_{10}$ -NaOH.
  2. 1,9 „ „

IX. 47,28 g Stuhl stark sauer.

- A. Destillation ohne Phosphorsäure.
1. ( 9,2 ccm  $n/_{10}$ -NaOH.
  2. (
- B. Destillation mit 7,5 ccm Phosphorsäure von D — 1,12.
1. 45,1 ccm  $n/_{10}$ -NaOH.
  2. 14,7 „ „
  3. 8,2 „ „
  4. 5,1 „ „
  5. 2,7 „ „
  6. 0,9 „ „
  7. 0,4 „ „

Das Destillat jeder Stunde betrug durchschnittlich 750 ccm.

Bei größeren Mengen von Stuhl (25 g und darüber) muß man länger als 2 Stunden destillieren, aber auch hier kommt man zu einem Endpunkt, wie dies der letzte Versuch deutlich zeigt.

Daß infolge der Empfindlichkeit der Kohlensäure gegenüber Phenolphthalein ein kleiner Titrationsfehler entsteht, ist selbstverständlich. Wir waren uns dessen vollkommen bewußt, mußten aber doch zu Phenolphthalein greifen, weil es, was ja McCaughey selbst erprobt hat, sehr scharf den Farbumschlag zeigt. Daß wir nicht darauf hingewiesen, im speziellen nicht angegeben haben, wieviel man von der verbrauchten Kubikmeterzahl Natronlauge als Korrektur abzuziehen hätte, liegt daran, daß es eine allgemein bekannte, in jedem analytischen Lehrbuche verzeichnete Tatsache ist, daß destilliertes Wasser Kohlensäure enthält und bei Anwendung von Phenolphthalein als Indikator 0,5 bis sogar 2 ccm  $n/_{10}$ -Natronlauge

verbraucht und weil es außerdem von der Qualität des destillierten Wassers abhängt, wie die Korrektur ausfällt.

Zur Bestimmung der gesamtflüchtigen Fettsäuren wäre es selbstverständlich prinzipiell besser, die Faeces (durch alkoholische Extraktion) von den Eiweißkörpern zu befreien; auch wir haben diese Möglichkeit in Erwägung gezogen, sind aber später davon abgekommen, weil es fraglich war, ob durch Extraktionen, nachträgliches Absaugen usw. nicht Verluste entstehen, die quantitativ wahrscheinlich mehr in die Wagschale fallen, als die übrigens auch von uns in ganz geringen Mengen als möglich hingestellte Hydrolyse. Ob eine quantitative Extraktion besonders der niederen Fettsäuren und ihrer Salze mit Alkohol möglich ist (speziell der Säuglingsstuhl enthält sehr viel Wasser), können wir vorläufig nicht entscheiden: darüber gibt auch die Arbeit von McCaughey keine genügende Aufklärung, da diesbezügliche Kontrollversuche fehlen.