

Ueber ein neues Verfahren zur Rohfaserbestimmung in Mahlprodukten

Autor(en): **Huggenberg, W. / Schaffer, F.**

Objektyp: **Article**

Zeitschrift: **Mitteilungen aus dem Gebiete der Lebensmitteluntersuchung und Hygiene = Travaux de chimie alimentaire et d'hygiène**

Band (Jahr): **7 (1916)**

Heft 6

PDF erstellt am: **30.06.2024**

Persistenter Link: <https://doi.org/10.5169/seals-984130>

Nutzungsbedingungen

Die ETH-Bibliothek ist Anbieterin der digitalisierten Zeitschriften. Sie besitzt keine Urheberrechte an den Inhalten der Zeitschriften. Die Rechte liegen in der Regel bei den Herausgebern. Die auf der Plattform e-periodica veröffentlichten Dokumente stehen für nicht-kommerzielle Zwecke in Lehre und Forschung sowie für die private Nutzung frei zur Verfügung. Einzelne Dateien oder Ausdrucke aus diesem Angebot können zusammen mit diesen Nutzungsbedingungen und den korrekten Herkunftsbezeichnungen weitergegeben werden. Das Veröffentlichen von Bildern in Print- und Online-Publikationen ist nur mit vorheriger Genehmigung der Rechteinhaber erlaubt. Die systematische Speicherung von Teilen des elektronischen Angebots auf anderen Servern bedarf ebenfalls des schriftlichen Einverständnisses der Rechteinhaber.

Haftungsausschluss

Alle Angaben erfolgen ohne Gewähr für Vollständigkeit oder Richtigkeit. Es wird keine Haftung übernommen für Schäden durch die Verwendung von Informationen aus diesem Online-Angebot oder durch das Fehlen von Informationen. Dies gilt auch für Inhalte Dritter, die über dieses Angebot zugänglich sind.

MITTEILUNGEN

AUS DEM GEBIETE DER
LEBENSMITTELUNTERSUCHUNG UND HYGIENE

VERÖFFENTLICHT VOM SCHWEIZ. GESUNDHEITSAMT

TRAVAUX DE CHIMIE ALIMENTAIRE ET D'HYGIÈNE

PUBLIÉS PAR LE SERVICE SUISSE DE L'HYGIÈNE PUBLIQUE

ABONNEMENT: Schweiz Fr. 8.20 per Jahrg. — Ausland Fr. 10. — oder M. 8. —.
Suisse fr. 8.20 par année. — Etranger fr. 10. — ou M. 8. —.
Preis einzelner Hefte Fr. 1.50 (Ausland M. 1.50).
Prix des fascicules fr. 1.50 (étranger M. 1.50).

BAND VII

1916

HEFT 6

Ueber ein neues Verfahren zur Rohfaserbestimmung in Mahlprodukten.

Von W. HUGGENBERG.

(Mitteilung aus dem Laboratorium des Schweiz. Gesundheitsamtes.
Vorstand: F. Schaffer.)

Der Gehalt an sog. Rohfaser im Mehl ist u. a. ein sicherer Beweis für die *Höhe der Ausmahlung* des Getreides. Infolge der diesbezüglichen Kriegs-Vermahlungsvorschriften wurde eine ständige Mahl- und Mehlkontrolle unerlässlich, und es gehört zurzeit somit die Rohfaserbestimmung wohl mit zu den häufigsten Untersuchungsarbeiten der staatlichen (und auch privaten) Laboratorien.

Die Methode von *König*¹⁾ liefert sehr zuverlässige Resultate. Sie ist auch im Schweizerischen Lebensmittelbuch aufgenommen, und wird allgemein angewandt. Der Aufwand an Zeit, den diese Methode erfordert und vor allem der unerhört gesteigerte und fortwährend noch steigende Preis des Glycerins liessen es uns aber wünschbar erscheinen, nach einer neuen Methode zu suchen, die sowohl einfacher und rascher, als namentlich auch billiger arbeitet. Zur Illustration sei hier beigefügt, dass die Kosten einer einzigen Rohfaserbestimmung nach *König* (lediglich in Bezug auf das Glycerin berechnet) von 30—50 Rp. (im Jahr 1898) zurzeit auf über Fr. 1.50 gestiegen sind.

Vor einem Jahr nun haben *Heiduschka* und *Heinich*²⁾ einen «Beitrag zur Beurteilung von Getreidemehlen» veröffentlicht. Die Verfasser versuchen mittels Salzsäurebehandlung des Mehles die Schalenbestandteile zu bestimmen und die erhaltenen Werte zur Beurteilung der Mehle zu verwenden. Wir

¹⁾ Z. U. N. G. 1898, 1, 1; 1903, 6, 69.

²⁾ Ebenda 1915, 30, 226.

prüften die Methode im hiesigen Amte nach, konnten uns aber mit den erhaltenen Resultaten nicht zufriedenstellen, indem diese wesentlich von den nach *König* gefundenen Werten nach oben abwichen und auch unter sich nicht immer übereinstimmten. Der Grund dafür dürfte wohl in der unvollständigen Aufschliessung der Stickstoffsubstanzen, namentlich aber der Pentosane zu suchen sein.

Es war uns aber darum zu tun, eine Methode zu finden, welche Resultate liefert, die von den nach *König* gefundenen Werten nur unwesentlich abweichen oder mit ihnen doch nahezu parallel gehen. Nur solches konnte eine wirkliche Ersatzmethode genannt werden.

Ausgehend von der Arbeitsweise von *Heiduschka* und *Heinich* gelangten wir, unter Vornahme wesentlicher Modifikationen, nach zahlreichen Versuchsreihen zu einem Verfahren, das in allen Beziehungen recht befriedigende Resultate ergab. In Folgendem ist die Methode ausführlich niedergelegt:

2,5 g Substanz (Mehl, Gries, Futtermehl, Kleie und dergl.) werden, am besten in einem Zylindergläschen, wie solche zum Zentrifugieren gebraucht werden, von 25—30 mm lichter Weite und 110—120 mm Höhe mit 10 cm³ (bei Mehl) bis 15 cm³ (bei Futtermehl, Kleie und dergl.) ca. 8 %iger alkoholischer Kalilauge ¹⁾ mittelst eines Glasstabes angerührt bis keine Klümpchen und Knötchen mehr vorhanden sind und während 5 Minuten in einem Wasserbad auf einer Temperatur von 45—50° C gehalten. Hierauf giesst man, unter tüchtigem Umrühren, 20 cm³ konzentrierte HCl (1,19) hinzu und lässt dann das Röhrchen, bei öfterem Mischen, während einer halben Stunde im Wasserbad bei 45—50° C. Der Inhalt färbt sich in dieser Zeit allmählich mehr oder weniger violett bis braun, welche Färbung bei der Lösung von Proteinen in Säuren aufzutreten pflegt ²⁾, während sich Chlorid ausscheidet, das aber weiter nicht störend wirkt und nachträglich leicht mit dem Wasser in Lösung geht. Unterdessen hat man sich wie bei *König* ein Asbestfilter vorbereitet. Am geeignetsten wählt man eine Filterscheibe von ca. 30 mm Durchmesser. Nachdem die Asbestschicht mit etwas (25 %iger) HCl angefeuchtet, giesst man, bei schwachem Aspirieren, den Inhalt des Gläschens vorsichtig aufs Filter. Die Filtration verläuft rasch und glatt. Gläschen und Filter werden mit 25 %iger HCl (2 : 1) ausgewaschen, bis das Filtrat farblos ist, zu welchem Zwecke ca. 20—25 cm³ Säure notwendig sind. Hierauf wäscht man mit 200 cm³ heissem Wasser, dann mit heisser 8 %iger alkoholischer Kalilauge und zwar mit letzterer wiederum, bis ein farbloses Filtrat erreicht ist, was bei Anwendung von 20—50(—75) cm³ Lauge schon der Fall sein wird. Die Lauge verdrängt man wiederum durch erneutes Waschen mit heissem Wasser bis zum vollständigen Aufhören des Schäumens und Verschwinden jeglicher Färbung des Filtrates, übergiesst schliesslich mit 20—25 cm³ heissem 96 %igem Alkohol, zuletzt mit ca. 10 bis 15 cm³ Alkohol-Aethergemisch, bringt, nach vollständigem Absaugen, Rück-

¹⁾ 12 g KOH in bac. werden in ca. 140 cm³ 85—87 %igem Alkohol gelöst.

²⁾ *Abderhalden*, Handb. d. biochem. Arbeitsmeth., II, 471.

stand samt Filtermaterial vorsichtig und restlos in eine Platinschale oder einen Platintiegel (letzteres bei vermehrter Rohfaser behufs Wägung im Wägegläschen), trocknet im Dampf-Trockenschrank bis zur Gewichtskonstanz (was bei Rohfaser aus Mehl schon in ca. $\frac{1}{2}$ Stunde erreicht sein wird), wägt, glüht, wägt von neuem, und erhält (in diesem letzten Teil also ganz wie bei König) aus der Differenz der beiden Wägungen das Gewicht der *aschefreien Rohfaser*, das durch Multiplikation mit 40 deren prozentuales Vorhandensein ergibt.

Eine solche Bestimmung erfordert, reichlich bemessen, einen Zeitaufwand von knapp 2 Stunden; doch können, bei serieweise Arbeit, in einem halben Tag von einem einzigen Analytiker mit Leichtigkeit 6—8 Bestimmungen ausgeführt werden. Auch dies ist ein wesentlicher Vorteil vor der *König'schen* Methode, ganz abgesehen von der Materialersparnis, da hier das wertvollste Agens, der Alkohol (wie auch der Aether) zum grossen Teil leicht wiedergewonnen werden kann. (Neutralisieren der alkoholischen KOH mit H_2SO_4 , Abnutschen vom ausgeschiedenen Sulfat, destillieren bis zirka $85^\circ C$. Man erhält so normalerweise einen 85—87 %igen Alkohol wieder.)

Vorgehend einer kritischen Betrachtung sei hier eine Reihe mit obiger Methode erreichter Resultate angeführt und den nach *König* gefundenen gegenübergestellt:

Bezeichnung des Materials	Rohfaser in % des lufttrockenen Materials	
	neue Methode	nach <i>König</i>
Mehl-Typmuster Mai 1915	0,55	0,59
» Juli 1915	0,54	0,58
» Januar 1916	0,58	0,59
» März 1916	0,59	0,58
Mehl Nr. 2	0,35	0,38
» » 4	0,37	0,32
» » 9	0,46	0,48
» » 12	0,28	0,24
» » 13	0,44	0,46
» » 15	0,52	0,54
» » 28	0,40	0,34
» » 30	0,40	0,40
» » 32	0,43	0,39
» » 43	0,43	0,40
» » 46	0,38	0,39
» » 48	0,38	0,40
» » 50	0,37	0,37
» » 87	0,40	0,40
» » 88	0,40	0,41
» » 91	0,32	0,32
» » 96 Probemahlung aus einheimischem Getreide	0,46	0,43
Typmuster vom Juli 1916 . .	0,63	0,61
Futtermehl	0,75	0,72

Sprechen diese Zahlen allein schon sehr für die Brauchbarkeit unserer neuen Methode, so hielten wir es dennoch für angebracht, zahlenmässig (soweit wie möglich) den Einfluss der Alkali-Säurebehandlung auf die wichtigsten Stoffgruppen der Mahlprodukte festzulegen.

Die Vorbehandlung mit alkoholischer Kalilauge ermöglicht und erwirkt nicht nur eine äussert feine Suspendierung, sowie Lockerung und Aufquellung des Materials, sondern es wirkt die Lauge selbst schon lösend (verseifend) auf vorhandene Fette (Oele) und zum Teil auch schon aufschliessend auf die Stickstoffsubstanzen. Ein zweites Mal kommt dieser lösende Einfluss der Lauge beim Waschprozess zur vollen Geltung. Auch eventuell vorhandenes Pektin löst sich in alkoholischer Kalilauge. Der Salzsäure bleibt die Aufgabe, lösend auf die Proteine, sowie auch auf die Pentosane einzuwirken, vor allem aber die Stärke zu hydrolisieren.

Mikroskopisch lässt sich in der erhaltenen Rohfaser, selbst bei Jodbehandlung, Stärke nicht mehr nachweisen; ebenso wird nach *Kjeldahl* kein Stickstoff mehr vorgefunden. Dagegen gelingt es nicht, die Pentosane so weitgehend zu lösen, wie dies bei der *König'schen* Methode der Fall ist.

Wir fanden in Kleie:

Rohfaser	Pentosane	
	in der ursprünglichen Substanz	in der Rohfaser
10,2 %	22,3 %	5,5 %

Somit wurden 75,5 % der vorhandenen Pentosane gelöst, während 24,5 % ungelöst blieben.

Es ist hier allerdings wohl zu bemerken, dass zur obigen Prüfung einer der ungünstigsten Fälle herangezogen wurde, d. h. ein Material, das neben viel Rohfaser einen Maximalgehalt von Pentosanen aufweist. Bei Substanzen mit geringerem Rohfaser- und Pentosangehalt werden die diesbezüglichen Ergebnisse naturgemäss wesentlich besser und erreichen z. B. bei Mehlen, wie oben gezeigt wurde, an Genauigkeit diejenigen der *König'schen* Methode.

Wir versuchten auch festzustellen, wie weit reine Zellulose durch die Alkali-Säurebehandlung, sowie unter dem Einfluss der Glycerin-Schwefelsäure angegriffen wird, und wir fanden, wie folgende Gegenüberstellung deutlich beweist, dass unsere Methode der von *König* in diesem Punkte überlegen ist.

Material	Verluste bei der Behandlung (auf aschefreie, bei 105° 3 Stunden getrocknete Substanz berechnet)	
	nach <i>König</i>	nach unserer Methode
schwed. Filtrierpapier	13,8 %	4,1 %
reine Verbandwatte	10,4 %	1,9 %

Zur Untersuchung wurde jeweils 1 g Material verwendet, was für die Methode nach *König*, bei üblichen Substanzeinwägen von 3 resp. 5 g einem Rohfasergehalt (reine Zellulose angenommen) von ca. 33 resp. 20 %, für die neue Methode einem solchen von 40 %, also einem mittleren bis Maximalgehalt entspricht. Dabei sind die für Verbandwatte gefundenen Zahlen massgebend und richtiger, da bei dem schwed. Filtrierpapier, infolge der

Behandlung mit Salzsäure und Fluorwasserstoffsäure, wohl nicht mehr durchwegs von «reiner, unveränderter Zellulose» gesprochen werden kann.

Fallen diese Differenzen, bei *König* einerseits vermehrte Zelluloselöslichkeit, bei unserer Methode andererseits verminderte Pentosanlöslichkeit, bei Mehlen mit ihrem geringen Rohfasergehalt kaum ins Gewicht, was auch schon die Analysenresultate zur Genüge zeigen, so sollte dies bei Krüsch (Kleie), Ausmahleten (Mastmehl) etc., d. h. bei Produkten mit einem hohen Rohfaser- und Pentosangehalt merklich der Fall sein. Um so überraschender sind folgende Resultate:

Material	Rohfaser in %	
	nach <i>König</i>	nach unserer Methode
Krüsch (Kleie)	11,2 %	10,2 %
Ausmahleten (Mastmehl)	9,9 %	9,4 %

Es wäre ohne weiteres zu erwarten gewesen, dass nach *König* infolge beinahe restlosen Weglösens der Pentosane und einem vermehrten Angriff der Zellulose gegenüber der neuen Methode niedrigere Werte für Rohfaser gefunden würden. Dass die Ursache dieses umgekehrten Verhältnisses nicht etwa auf einem stärkeren Angriff der Alkali-Säurebehandlung auf das Lignin beruht, sondern anderswo zu suchen ist, zeigt folgende Zusammenstellung:

Material	Rohfaser in %	
	nach <i>König</i>	nach unserer Methode
Gries A, fein	0,83 %	0,86 %
Gries B, grobkörnig . . . (stecknadelkopfgrosse Körner)	0,76 %	0,40 %
dasselbe Gries B, gemahlen	0,52 %	0,40 %

Vorstehender Befund (bei Gries B namentlich) zeigt deutlich, dass gewisse grobe Materialien durch das Verfahren nach *König* weniger leicht aufgeschlossen werden, als durch die Alkali-Säurebehandlung. Bei der neuen Methode lassen sich eventuell noch vorhandene, nach der halbstündigen Salzsäureeinwirkung stark violett-braun gefärbte Klümpchen und Körner mit Leichtigkeit mittelst des Glasstabes an der Gefässwandung zerreiben; ein eventueller Rest wird beim Auswaschen mit heisser alkoholischer Kalilauge, wie stets bemerkt wurde, leicht entfernt. Die Färbung weist wieder, wie anfänglich schon erörtert wurde, auf Proteine hin; es dürften also gerade diese bei der Glycerin-Schwefelsäurebehandlung nach *König* in gewissen Fällen weniger leicht angegriffen und weniger restlos entfernt werden, wie mittelst Alkali-Salzsäure. Bei der Anwendung der *König'schen* Methode konnten gerade bei dem oben angeführten «Gries B», selbst nach langem Auswaschen, auf dem Filter noch «unaufgeschlossene» Körner und Klümpchen bemerkt werden.

Es ist ja zwar allgemein üblich und auch Vorschrift, bei der Rohfaserbestimmung nur von feingemahlener Substanzen auszugehen; in vielen Fällen, so besonders bei Kleie, Mastmehl etc. ist aber, infolge deren physikalischer Beschaffenheit, ein vollkommenes Feinmahlen mit den Laboratoriumshilfsmitteln praktisch unmöglich.

Wir glauben nun durch Obiges die Brauchbarkeit und Zuverlässigkeit unserer neuen Methode in Bezug auf Mahlprodukte (Mehle im speziellen) genügend nachgewiesen zu haben, und es erübrigt vielleicht, in Kürze nochmals den Gang der Untersuchung, sowie die dazu erforderlichen Agentien aufzuzeichnen:

Erforderliche Agentien:

HCl konzentriert, 1,19;

HCl 25 %ig (2 Teile HCl : 1 Teil H₂O);

Alkoholische Kalilauge, 8 %ig (12 g KOH in bac. gelöst in 140 cm³ 85—87 %igem Alkohol);

Alkohol 96 %ig;

Alkohol-Aether;

(Asbest-Filtermaterial).

Ausführung: 2,5 g Substanz, mit 10 cm³ (bezw. 15 cm³) 8 %iger alkoholischer KOH anreiben, 5 Minuten im Wasserbad auf 45—50° C erwärmen; 20 cm³ HCl (konzentriert) zufügen, mischen, 1/2 Stunde bei 45—50° C belassen, durch Asbest filtrieren, waschen mit: 200 cm³ heissem Wasser, 20—50 (bis höchstens 75) cm³ heisser alkoholischer KOH (8 %ig), 200—400 cm³ heissem H₂O, 10—20 cm³ heissem Alkohol (96 %ig), 10 cm³ Alkohol-Aether, trocknen, wägen, glühen und wieder wägen (s. S. 298/99).

Ueber die Anwendbarkeit unserer Methode auf Gewürze sowie ihre eventuelle Modifikation für Kakao werden wir vielleicht später weitere Mitteilungen machen können.

Bericht über die XXIX. Jahresversammlung des Schweizerischen Vereins analytischer Chemiker in Zürich.

Teilnehmerliste.

Herr E. Ackermann, Genève.	Herr A. Laubi, Zürich.
» O. Allemann, Bern.	» P. Liechti, Bern.
» G. Ambühl, St. Gallen.	» J. Meister, Schaffhausen.
» W. I. Baragiola, Wädenswil.	» Th. Nussbaumer.
» A. Bertschinger, Zürich.	» G. Nussberger, Chur.
» H. Becker, Glarus.	» A. Ottiker, Zürich.
» A. Besson, Basel.	» U. Pfenninger, Zürich.
» W. Bissegger, Zürich.	» E. Philippe, Bern.
» R. Burri, Bern.	» F. Porchet, Lausanne.
» J. Bürgi, Brunnen.	» J. Pritzker, Frauenfeld.
» P. Chavan, Lausanne.	» W. Reinacher, als Gast.
» Ch. Dusserre, Lausanne.	» E. Rieter, Zürich.
» A. Evéquoz, Fribourg.	» E. Ritter, Bern.
» Th. v. Fellenberg, Bern.	» E. Rüttimann, Biel.