

**Zeitschrift:** Mitteilungen aus dem Gebiete der Lebensmitteluntersuchung und Hygiene = Travaux de chimie alimentaire et d'hygiène  
**Band:** 21 (1930)  
**Heft:** 5-6

**Artikel:** Die Bestimmung der Mineralstoffe in Mahlprodukten  
**Autor:** Fellenberg, Th. von / Werder, J.  
**DOI:** <https://doi.org/10.5169/seals-983943>

### **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:** 15.10.2024

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

Es geht aus dieser Diskussion hervor, dass die durch die *Bruccella abortus* hervorgerufene Krankheit des Menschen nicht mehr — wenn sie es überhaupt einmal war — als sporadisch auftretende, harmlose, prognostisch durchaus günstige Erkrankung von Tierärzten, Metzgern und Landwirten, die sich beruflich mit infiziertem Vieh zu beschäftigen hatten, aufgefasst werden darf, sondern dass sie in den Gegenden, in denen das seuchenhafte Verwerfen des Viehs verbreitet ist, gerade so ernst genommen werden muss, wie in den Mittelmeerländern das Maltafieber. Besonders die Mitteilung Madsens über die Aborte von Frauen mit *Febris undulans* mahnen zum Aufsehen.

## Die Bestimmung der Mineralstoffe in Mahlprodukten.

Von Dr. Th. von FELLEBERG.

(Aus dem Laboratorium des Eidgenössischen Gesundheitsamtes in Bern,  
Vorstand: Prof. Dr. J. Werder.)

Man kann die Asche eines pflanzlichen oder tierischen Produkts definieren als die Summe der anorganischen sauren und basischen Bestandteile, ausschliesslich Ammoniak und Salpetersäure, wobei Säuren und Basen normal aneinander gebunden sind und der Ueberschuss der Basen als Carbonat und Oxyd vorhanden ist.

Unter sauren Bestandteilen sind hier nicht nur die vorgebildeten Mineralsäuren, sondern auch alle weiteren organischen Phosphor- und Schwefelverbindungen zu verstehen.

Ein vorläufiger Entwurf der Revision des Kapitels «Körner- und Hülsenfrüchte, Mahlprodukte und Stärkemehle» des schweizerischen Lebensmittelbuches sieht für die Bestimmung der Mineralbestandteile folgende Methode vor:

«2—3 g Mahlprodukt werden in der Muffel bei nicht zu heller Rotglut verkohlt, herausgenommen und abkühlen gelassen. Hierauf setzt man 1 cm<sup>3</sup> Magnesiumacetatlösung (3 %ig) zu, trocknet im Trockenschrank und setzt die Veraschung fort. Nach 1—2 Stunden soll die Asche weiss bis schwach grau sein. Von der erhaltenen Asche ist der von 1 cm<sup>3</sup> Magnesiumacetatlösung ermittelte Rückstand an MgO abzuziehen.»

Die 3. Auflage des Lebensmittelbuches schrieb ein Veraschen ohne Zusatz vor.

Bereits vor 14 Jahren<sup>1)</sup> habe ich eingehende Untersuchungen über Veraschung, u. a. auch von Mehl, veröffentlicht und darauf hingewiesen, wie notwendig ein Basenzusatz in allen den Fällen ist, wo eine saure

<sup>1)</sup> Th. von Fellenberg. Bestimmung der Mineralstoffalkalität von Lebensmitteln. Diese Mitt., 7, 81 (1916).

Asche resultiert. Zu den Nahrungsmitteln mit saurer Asche gehören aber auch die Mahlprodukte.

Als hauptsächliche Fehlerquellen bei der Veraschung wurde damals an Hand der Literatur angeführt: Verflüchtigung von Alkalisalzen bei zu hoher Verbrennungstemperatur, Aufnahme von Schwefel aus dem Leuchtgas, Verlust an sauren Bestandteilen (Chlor, Schwefel, Phosphor) in denjenigen Fällen, wo eine saure oder nur schwach alkalische Asche resultiert, Verlust an Konstitutionswasser beim Uebergang von saurem Orthophosphaten in Pyro- und Metaphosphate, Verlust an Kohlensäure durch Zerfall von Carbonaten.

Der Verlust von Alkalisalzen lässt sich praktisch nur vermeiden durch Veraschung bei möglichst niedriger Temperatur. Die Aufnahme von Schwefel aus dem Leuchtgas kann vermieden werden durch eine Vorrichtung, wie ich sie (l. c.) beschrieben habe oder durch vorsichtiges, nicht zu langes Veraschen im Muffelofen. Der Verlust an sauren Bestandteilen und an Konstitutionswasser lässt sich nur durch basische Zusätze vermeiden.

Das direkte Veraschen des Mehls nach der 3. Auflage des Lebensmittelbuchs erforderte ein sehr langes Erhitzen auf hohe Temperatur. Dabei war eine Verflüchtigung von Alkalisalzen unvermeidlich; zudem traten erhebliche Verluste an Schwefelsäure und an Phosphorsäure ein, wie folgende Versuche zeigen, die seinerzeit mit einem «Vollmehltypmuster» vom Frühjahr 1915 vorgenommen worden waren.

Tab. 1. Veraschung von Mehl ohne und mit Natronlaugezusatz.

No.	$\text{cm}^3 \frac{n}{10} \text{ NaOH auf } 10 \text{ g Mehl}$	$\frac{n}{10} - \text{PO}_4$	$\frac{n}{10} - \text{SO}_4$
1.	0	9,7	0
2.	10	17,0	1,0
3.	20	17,2	2,8
4.	30	17,1	3,25

Bei dem Versuch ohne Alkalizusatz ist nahezu die Hälfte der Phosphorsäure und alle Schwefelsäure verloren gegangen. Die Alkalität der Asche dieses Mehls betrug -12,6. Man könnte demnach erwarten, dass ein Zusatz von  $12,6 \text{ cm}^3 \frac{n}{10}\text{-NaOH}$  genügen würde, um Säureverluste zu vermeiden; in Wirklichkeit braucht man aber über  $20 \text{ cm}^3$ .

Bekanntlich greifen saure Aschen die Platinschalen sehr stark an. Es kann vorkommen, dass eine neue Schale nach 1—2 maliger Veraschung von Mehl bei etwas hoher Temperatur bereits einen kristallinen Boden oder gar feine Risse aufweist. Der basische Zusatz empfiehlt sich also nicht nur aus Gründen der Genauigkeit, sondern auch aus ökonomischen Gründen. Die Empfehlung eines basischen Zusatzes im neuen Entwurf kann also nur begrüßt werden. Ob sich dabei Magnesiumacetat in der vorgeschriebenen Menge besonders gut eignet, soll des Näheren ausgeführt werden.

Zu den folgenden Versuchen wurden zwei Mehle benutzt, ein Weissmehl und ein Vollkornmehl, bestehend aus  $\frac{2}{3}$  Weizen und  $\frac{1}{3}$  Roggen, hergestellt in einer Schlagmühle. Zur Feststellung des genauen Aschengehalts wurde das von mir empfohlene, etwas modifizierte Verfahren der Veraschung unter Natronlaugezusatz angewendet. 5 g Mehl werden in einer Platinschale mit  $10 \text{ cm}^3 \frac{n}{10}\text{-NaOH}$  bei Weissmehl, mit  $15 \text{ cm}^3$  bei Vollmehl, mit Hilfe eines Glasstabs zu einem Brei angerieben. Der Glasstab wird mit etwas aschefreiem Filterpapier abgewischt und das Papier in die Schale gegeben. Die Schale wird in einen auf schwache Rotglut erhitzten Muffelofen gebracht. Nach kurzer Zeit entzündet sich das Mehl; wenn die flüchtigen Anteile verbrannt sind, bleibt eine lose Kohle zurück, welche ruhig weiterglimmt, bis die Veraschung beendet ist. Die ganze Operation dauert bis hierher ungefähr eine halbe Stunde. Die resultierende Asche ist nun nicht weiss, sondern grau. Es gelingt nicht, sie durch weiteres Erhitzen weiss zu brennen, da sie dabei sintert und Kohleteilchen einschliesst. Man ist daher genötigt, sie mit etwas Wasser auszulaugen. Man filtriert, verbrennt das Filter in der Schale, fügt das Filtrat hinzu, dampft ein und glüht kurz, worauf man die Asche wägen kann.

Diese Rohasche enthält nun ausser den Mineralstoffen des Mehls noch das zugesetzte Alkali und zwar in zwei Formen. Je nach dem grösseren oder kleineren Gehalt des Mehls an anorganischen Säuren bezw. Säurebildnern ist ein Teil an diese überschüssige Säure gebunden, der Rest ist als Natriumcarbonat zugegen.

Der an die überschüssige Säure gebundene Anteil ist als Na-H abzuziehen, denn das Natrium hat hier den Wasserstoff ersetzt, der normalerweise mit dem Säurerest verbunden gedacht werden muss. Wir wollen die Phosphorsäure bei unserer Berechnung als  $\text{H}_3\text{PO}_4$  in Rechnung ziehen; es hat sich aber in Wirklichkeit bei der Veraschung mit überschüssiger Natronlauge Triphosphat gebildet.

Um zu erfahren, welcher Anteil der zugesetzten Lauge als Na-H und welcher als  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  zu subtrahieren ist, müssen wir die Alkalität der Asche bestimmen. Ich verweise dabei auf die zitierte Arbeit, will aber trotzdem den Arbeitsgang kurz angeben. Die Asche wird in überschüssiger  $\frac{n}{10}\text{-HCl}$  gelöst und mit wenig Wasser in einen  $100 \text{ cm}^3$  fassenden Erlenmeyerkolben gespült. Bei Weissmehl mit Zusatz von  $10 \text{ cm}^3 \frac{n}{10}\text{-NaOH}$  sind  $15 \text{ cm}^3 \frac{n}{10}\text{-HCl}$ , bei Vollmehl mit Zusatz von  $15 \text{ cm}^3 \text{ NaOH}$  sind  $25 \text{ cm}^3 \text{ HCl}$  notwendig. Die Flüssigkeit wird aufgeköcht und ungefähr 2 Minuten in ganz leichtem Sieden erhalten, um die Aschenbestandteile zu lösen und abgekühlt. Bei Zusatz von Methylorange soll sie deutlich rot werden. Der Indikator, welchen wir bei unserer Titration anwenden, ist aber nicht Methylorange, sondern Phenolphthalein. Man fügt einige Tropfen Phenolphthaleinlösung zu, titriert mit  $\frac{n}{10}\text{-NaOH}$  auf rot, setzt  $1 \text{ cm}^3$  Chlorcalciumlösung (gleiche Teile geschmolzenes Chlor-

calcium und Wasser) zu, wobei die rote Farbe verschwindet und titriert weiter bis zur bleibenden Rosafärbung. Das Calciumchlorid kann auch vor Beginn der Titration zugesetzt werden.

Der Chlorcalciumzusatz hat den Zweck, die Phosphorsäure als Tricalciumphosphat zu binden.

Die Berechnung geschieht folgendermassen:

Titerstellung:  $25 \text{ cm}^3 \frac{n}{10}\text{-HCl} = 25,25 \text{ cm}^3 \text{ NaOH}$  (Phenolphthalein) und  $25,00 \text{ cm}^3$  (Methylorange).

	Weissmehl	Vollkornmehl
	5 g mit $10 \text{ cm}^3 \frac{n}{10}$ - NaOH verascht	5 g mit $15 \text{ cm}^3 \frac{n}{10}$ - NaOH verascht
$\frac{n}{10}$ - HCl zum Lösen der Asche . . . . .	15,00	25,00
$\frac{n}{10}$ - NaOH zum Zurücktitrieren (korr) . . .	8,85	20,10
Alkalität des mit NaOH verbrannten Mehls	6,15	4,90
Zugesetztes Alkali abzuziehen . . . . .	-10	-15
Wahre Alkalität von 5 g Mehl . . . . .	$-3,85 \text{ cm}^3 \frac{n}{10}$	$-10,10 \text{ cm}^3 \frac{n}{10}$
» » » 100 g » . . . . .	$-7,7 \text{ cm}^3 n$	$-20,2 \text{ cm}^3 n$

Die Alkalität des mit Alkali verbrannten Mehls ist bei Weissmehl 6,15, bei Vollkornmehl  $4,9 \text{ cm}^3 \frac{n}{10}$ . Es ist dies der Basenüberschuss in der Asche; er muss als  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  abgezogen werden. Die wahre Alkalität ist bei Weissmehl -3,85, bei Vollkornmehl  $-10,1 \text{ cm}^3 \frac{n}{10}$ . Da sie negativ ist, gibt sie an, wie viel des zugesetzten Alkalis an die überschüssige Säure des Mehls gebunden ist. Sie muss als Na-H abgezogen werden.

$$1 \text{ cm}^3 \frac{n}{10}\text{-Na}_2\text{CO}_3 = 0,0053 \text{ g},$$

$$1 \text{ cm}^3 \frac{n}{10}\text{-Na-H} = 0,0022 \text{ g}.$$

Wir haben somit von der Rohasche abzuziehen:

	bei Weissmehl	bei Vollkornmehl
	$6,15 \times 0,0053 = 0,0326$	$4,9 \times 0,0053 = 0,0260$
	$3,85 \times 0,0022 = 0,0085$	$10,1 \times 0,0022 = 0,0222$
	0,0411 g	0,0482 g
Die Rohasche von 5 g Mehl beträgt . . .	0,0736 g	0,1539 g
Die Mineralstoffe von 5 g Mehl betragen	$0,0325 \text{ g} = 0,65\%$	$0,1057 \text{ g} = 2,11\%$

Nach der Vorschrift des vorläufigen Revisionsentwurfs ist auf 2 bis 3 g Mehl  $1 \text{ cm}^3$  einer 3%igen Magnesiumacetatlösung, also 30 mg Magnesiumacetat als alkalischer Zusatz zu verwenden. Theoretisch geben  $30 \text{ mg Mg}(\text{C}_2\text{H}_3\text{O}_2)_2 + 4 \text{ H}_2\text{O}$  5,64 mg MgO. Ich fand unter Verwendung eines käuflichen Magnesium aceticum purum 6,2 mg MgO, also einen etwas höhern Wert, da dies Salz offenbar Kristallwasser verloren hatte. Diese 6,2 mg MgO entsprechen  $3,08 \text{ cm}^3 \frac{n}{10}$ -lösung. Das würde auf 5 g Mehl

5,13 cm<sup>3</sup>  $\frac{n}{10}$  ausmachen, während wir oben auf 5 g Weissmehl 10 cm<sup>3</sup>, auf 5 g Vollmehl 15 cm<sup>3</sup>  $\frac{n}{10}$ -NaOH genommen hatten. Nach Tabelle 1 ist vor auszusehen, dass die im Entwurf vorgeschriebene Menge selbst bei Natronlauge nicht ganz ausreichen würde, um die bei der Verbrennung entstehenden anorganischen Säuren vollständig abzufangen; bei einem Salz, wie Magnesiumacetat wird sie vermutlich erst recht nicht ausreichen.

Der Versuch wurde nur mit unserm Weissmehl durchgeführt, und zwar wurde das Magnesiumacetat das eine mal nach Vorschrift erst nach der Verkohlung zugesetzt, das andere mal schon von Anfang an. Man erhielt folgende Werte:

	Zusatz nach der Verkohlung		Zusatz vor der Verkohlung	
	g	g	g	g
Asche von 3 g Mehl . . . . .	0,0220	0,0209	0,0216	0,0218
Abziehendes MgO . . . . .	0,0062	0,0062	0,0062	0,0062
Reinasche in 3 g Mehl . . . . .	0,0158	0,0147	0,0154	0,0156
% Asche . . . . .	<u>0,53</u>	<u>0,49</u>	<u>0,51</u>	<u>0,52</u>

3 der Werte stimmen unter sich gut überein; sie sind aber um 23 % niedriger als der unter Natronlaugezusatz erhaltene Wert (0,65 %).

Der Fehler rührt zum Teil daher, dass wir das Magnesium als Oxyd abziehen, während es ja zum Teil gebunden und somit als Mg-H in Abzug zu bringen ist. Aber auch wenn wir diese Rechnung ausführen, sind die Werte immer noch zu niedrig. Die Rechnung würde geben:

$$2,3 \text{ cm}^3 \text{ als MgO} = 0,0027$$

$$0,78 \text{ cm}^3 \text{ als Mg-H} = 0,0016$$

$$0,0043 \text{ g von } 0,0152 \text{ zu subtrahieren} = 0,0175 \text{ g}$$

Asche = 0,58 %, was 10—11 % zu niedrig ist.

Diese Differenz rührt zum Teil wohl daher, dass die Säuren nicht vollständig abgefangen worden sind, zum Teil hängt sie aber jedenfalls mit Verlusten von Alkalisalzen zusammen. Die Verbrennung geht nämlich äusserst schwierig vor sich. Man muss mindestens 2—3 Stunden im Muffelofen erhitzen und die Asche zwischenhinein zerdrücken, um sie weiss zu brennen. Sie kommt dabei nicht sichtbar ins Glimmen. Wie erwähnt, dauert die Veraschung mit NaOH kaum eine halbe Stunde und zwar bei bedeutend niedrigerer Temperatur, so dass 2 Schalen in den Ofen gebracht werden können. Die Kohle glimmt wie eine Cigarre ruhig zu Ende. Obschon die Asche mit Wasser ausgezogen werden muss, lässt sich viel angenehmer arbeiten, als mit Magnesiumacetat.

Es war nun vor auszusehen, dass die Verbrennung bei wirklichem Ueberschuss von Magnesiumsalz viel leichter vor sich gehen würde, denn es ist eine alte Erfahrungstatsache, dass basische Aschen allgemein leicht brennen, besonders leicht aber, wenn sie reich an alkalischen Erden sind.

Bei den folgenden Versuchen wurden zu 5 g Weismehl 3,25 cm<sup>3</sup> einer 3 %igen Lösung von Magnesium aceticum purum zugesetzt, zu 5 g Vollkornmehl die anderthalbfache Menge, 4,88 cm<sup>3</sup>. Die 3,25 cm<sup>3</sup> ergaben beim Glühen 0,0206 g MgO, während der theoretische Wert für 10 cm<sup>3</sup> normal  $\frac{\text{MgO}}{200} = 0,02015$  g wäre. Somit sind die 10,2 bzw. 15,3 cm<sup>3</sup> normal entsprechende Menge Mg(C<sub>2</sub>H<sub>3</sub>O<sub>2</sub>)<sub>2</sub> + 4 H<sub>2</sub>O zugegen.

Wir berechnen die von der Rohasche abzuziehenden Anteile an Mg-H<sub>2</sub> und MgO auf Grund der mit NaOH-zusatz erhaltenen Alkalitäten, wobei

$$1 \text{ cm}^3 \frac{n}{10} \text{ Mg-H}_2 = 0,001115 \text{ g,}$$

$$1 \text{ cm}^3 \frac{n}{10} \text{ MgO} = 0,002015 \text{ g.}$$

	Weissmehl		Vollkornmehl	
	5 g mit 10,2 cm <sup>3</sup> n-Mg verascht		5 g mit 15,3 cm <sup>3</sup> n-Mg verascht	
		g		g
Zugesetztes Mg-acetat . . . . .	10,2		15,3	
Alkalität der Asche, als Mg-H <sub>2</sub> abzuziehen . . . . .	-3,85 cm <sup>3</sup>	= 0,0043	-10,1 cm <sup>3</sup>	= 0,0112
Differenz, als MgO abzuziehen . . . . .	6,16	= 0,0123	5,2	= 0,0105
		0,0166		0,0217
Rohasche . . . . .		0,0447		0,1228
Mineralstoffe von 5 g Mehl . . . . .		0,0276		0,1011
		= 0,55 %		= 2,02 %
		statt 0,65 %		statt 2,12 %

Die Differenz beträgt bei Weissmehl 15,4 %, bei Vollkornmehl 1,9 % und dürfte mit der stärkeren Erhitzung, dem NaOH-verfahren gegenüber zusammenhängen.

Statt die Alkalität auf diese Weise zu berechnen, suchte man sie auch zu bestimmen. Die Titration des MgO-rückstandes von 3,25 cm<sup>3</sup> Magnesiumacetat ergab statt 10,2 nur 8,8 cm<sup>3</sup>  $\frac{n}{10}$ . Da sich das geglühte MgO mit  $\frac{n}{10}$ -HCl nur schwer und durch längeres Erhitzen in Lösung bringen liess, wurde es mit  $\frac{n}{10}$ -H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> in der Platinschale auf dem Wasserbad zur Trockne eingedampft und der Rückstand in Wasser gelöst. Mit HCl hatte man 8,65 cm<sup>3</sup>  $\frac{n}{10}$  gefunden. Es war also etwas HCl beim Lösungsprozess verdampft. Das Endresultat war: Weissmehl 0,57, Vollkornmehl 2,04 % Mineralstoffe.

Wenn wir die Berechnung insofern vereinfachen, als wir, wie es in der Vorschrift des Vorentwurfs vorgesehen ist, von der Rohasche einfach die Asche des zugesetzten Magnesiumacetats subtrahieren, finden wir für Weissmehl 0,50, für Vollkornmehl 1,88 % Mineralstoffe. Die Fehler betragen hier 30 bzw. 11 %.

Ich prüfte nun noch das Verfahren von *Walters*, welcher Lanthan-nitrat als basischen Zusatz verwendet. Es wurde mir von Herrn Dr. Ziegler, einem Mühlebau-Fachmann empfohlen und soll in Amerika bereits in der Praxis eingeführt sein.

F. M. Walters<sup>2)</sup> untersuchte Salze von Lanthan, Ittrium, Cer, Thor, Zirkon, Skandium und Titan auf ihre Fähigkeit, die Veraschung zu beschleunigen und empfiehlt schliesslich Lanthannitrat. Bei Zusatz von 5—20 mg, als Oxyd berechnet, zu 5 g Mehl, soll die Verbrennung in 25 Minuten beendet sein.

In einem Quarztiegel mit flachem Boden werden 5 g Mehl mit 10 cm<sup>3</sup> der Lanthanlösung mit einem Glasstab verrührt. Der Glasstab wird mit aschenfreiem Filterpapier abgewischt und das Papier mit in den Tiegel gegeben. Man verascht bei Kirschrotglut.

Das Reagens wird hergestellt durch Lösen von 1,9925 g La(NO<sub>3</sub>)<sub>3</sub> + 6 H<sub>2</sub>O zum Liter 40 %igem Alkohol für weiche Weizen und durch Lösen von 3,985 g Nitrat für harte Weizen. 10 cm<sup>3</sup> der Lösung entsprechen 10 bzw. 20 mg La<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, welche von der gefundenen Asche abzuziehen sind.

Da nicht recht einzusehen ist, dass harte Weizen mehr Alkalizusatz benötigen, als weiche und man übrigens dem fertigen Mehl in der Regel wohl kaum ansieht, ob es aus weichem oder hartem Weizen hergestellt ist, habe ich zu Weissmehl den kleineren, zu Vollkornmehl den grösseren Zusatz gemacht, da es ja tatsächlich mehr Säurebildner enthält. Statt der vorgeschriebenen Quarztiegel benützte ich Platinschalen und nahm die Veraschung im Muffelofen vor.

Es wurden folgende Resultate erhalten:

	Weissmehl		Vollkornmehl	
	5 g mit 0,01993 g La(NO <sub>3</sub> ) <sub>3</sub> verascht		5 g mit 0,0399 g La(NO <sub>3</sub> ) <sub>3</sub> verascht	
Rohasche. . . . .	0,0322	0,0330	0,1118	0,1109
Abzuziehendes La <sub>2</sub> O <sub>3</sub> . .	0,0100	0,0100	0,0200	0,0200
	0,0222	0,0230	0,0918	0,0909
Asche. . . . .	0,44 %	0,46 %	1,84 %	1,82 %
Statt . . . . .	0,65 %		2,11 %	
Differenz . . . . .	31 %		13 %	

Die Rechnung zeigt, dass die verwendeten Lanthanmengen viel zu gering sind, um die Absättigung der Säuren zu vollziehen. Sie betragen 1,84  $\frac{g}{10}$  bei Weissmehl und 3,68  $\frac{cm^3}{10}$  bei Vollkornmehl, während theoretisch 3,85 bzw. 10,1 cm<sup>3</sup> notwendig wären. Das zugesetzte Lanthan ist also nicht als Oxyd, sondern vollständig in Salzform zugegen und müsste als La-H abgezogen werden.

Wenn wir dies tun, erhalten wir . .	0,0322	0,0330	0,1118	0,1109
	0,0084	0,0084	0,0168	0,0168
	0,0238	0,0248	0,0950	0,0941
Asche . . . . .	0,48 %	0,50 %	1,90 %	1,88 %

Die Werte sind auch bei dieser Berechnungsart noch um 24 und 10 % zu niedrig, da eben Säuren verloren gegangen sind.

<sup>2)</sup> Cereal Chem., 7, 83 (1930); Ref. Chimie et Industrie, 24, 186 (1930).



Die Verbrennungen gingen nicht so rasch von statten wie erwartet worden war; es wurde je ungefähr 1 Stunde benötigt. Bei dem Vollmehl gelang es trotz Befeuchten der Asche nicht, sie ganz weiss zu brennen; der eigentliche Wert ist also jedenfalls noch etwas niedriger.

Man untersuchte nun auch hier, wie die Verbrennung bei genügendem Ueberschuss an Lanthannitrat vor sich gehe. Man stellte sich eine  $\frac{n}{10}$ -Lanthannitratlösung her durch Lösen von 1,443 g Lanthannitrat zu 100 cm<sup>3</sup> 40 %igem Alkohol und verwendete für 5 g Weissmehl 10, für 5 g Vollkornmehl 15 cm<sup>3</sup> der Lösung. Die Verbrennung ging sehr schön von statten. Wie bei überschüssigem Magnesiumacetat glomm die Kohle, nachdem die flüchtigen Stoffe abgebrannt waren, ruhig zu Ende und hinterliess nach etwa 20 Minuten bei Weissmehl eine weisse Asche; bei Vollkornmehl waren hingegen wieder schwarze Punkte sichtbar, ähnlich wie bei der Verbrennung mit Magnesiumacetatzusatz. Nach dem Befeuchten und nochmaligem Glühen erhielt man dann eine einigermaßen vollkommene Veraschung. Ganz vollständig ist sie aber auch so nicht.

10 cm<sup>3</sup> Lanthannitratlösung gaben 0,0592 g statt 0,0543 g Oxyd; sie entsprechen somit 10,9 cm<sup>3</sup>  $\frac{n}{10}$ -Lanthanlösung.

Da 1 cm<sup>3</sup>  $\frac{n}{10}$  La-H<sub>3</sub> = 0,00453 g und 1 cm<sup>3</sup>  $\frac{n}{10}$  La<sub>2</sub>O<sub>3</sub> = 0,0054 g, berechnen sich die Abzüge an der Rohasche wie folgt:

	<b>Weissmehl</b>		<b>Vollkornmehl</b>
	5 g mit 10,9 cm <sup>3</sup> La(NO <sub>3</sub> ) <sub>3</sub> verascht		5 g mit 16,35 cm <sup>3</sup> La(NO <sub>3</sub> ) <sub>3</sub> verascht
	g		g
Zugesetztes $\frac{n}{10}$ - La(NO <sub>3</sub> ) <sub>3</sub> . . . . .	10,9		16,35
Alkalität der Asche, als La-H <sub>3</sub> abzuziehen . . . . .	<u>-3,85 cm<sup>3</sup> = 0,0175</u>		<u>-10,1 cm<sup>3</sup> = 0,0458</u>
Differenz, als La <sub>2</sub> O <sub>3</sub> abzuziehen . . . . .	7,05	= 0,0380	6,25 = 0,0338
		0,0555	0,0796
Rohasche . . . . .		0,0835	0,1855
Mineralstoffe von 5 g Mehl . . . . .		0,0280	0,1066
		<u>= 0,56 %</u> statt 0,65 %	<u>= 2,12 %</u>

Bei dem Weissmehl beträgt der Fehler 14 %, bei dem Vollkornmehl ist der Wert genau.

Eine Titration der Asche kann hier nicht vorgenommen werden, weil das Lanthanoxyd in  $\frac{n}{10}$ -HCl so gut wie unlöslich ist.

Wenn wir auch hier wieder die vereinfachte Rechnungsweise anwenden und die Asche des Lanthannitrats von der Mehlasche abziehen, erhalten wir für Weissmehl 0,49, für das Vollkornmehl 1,90 % Asche.

### Diskussion der Resultate.

Die Methode des Revisionsentwurfs gibt entschieden zu niedrige Resultate und muss in dieser Form verworfen werden. Dasselbe gilt von der Methode von *Walters*. In beiden Fällen ist der basische Zusatz viel zu niedrig und die Veraschung dauert zu lange. Richtige Werte liefert

Tabelle 2.

## Zusammenstellung der Resultate.

Nr.	Zusatz zu 5 g Weissmehl bezw. Vollkornmehl cm <sup>3</sup> $\frac{n}{10}$	Reagens	Weissmehl'			Vollkornmehl		
1.	10 bezw. 15	NaOH	0,65	—	—	2,11	—	—
2.	5,13 » —	Mg-acetat (Revisions- entwurf)	0,52	—	—	—	—	—
				d. Titration des Mg-acetats	durch Abzug als MgO bezw. La <sub>2</sub> O <sub>3</sub>		d. Titration des Mg-acetats	durch Abzug als MgO bezw. La <sub>2</sub> O <sub>3</sub>
3.	10,2 » 15,3	Mg-acetat	0,55	0,57	0,50	2,02	2,04	1,88
4.	1,84 » 3,68	La(NO <sub>3</sub> ) <sub>3</sub> (n. <i>Walters</i> )	0,45	—	—	1,83	—	—
5.	10,9 » 16,35	La(NO <sub>3</sub> ) <sub>3</sub>	0,56	—	0,49	2,12	—	1,90

nur die Natronlauge-Methode mit nachfolgender Titration der Asche. Es muss aber zugegeben werden, dass es eine gewisse Komplikation bedeutet, die Asche nach der Verbrennung mit Wasser auszuziehen und die Kohle wieder zu verbrennen und dass die Ausführung der Titration und die Berechnung einen gewissen Zeitaufwand erfordern. Will man also, wie das bei konventionellen Methoden gelegentlich gemacht wird, einen gewissen Fehler in Kauf nehmen, so kann man die Magnesiumacetat- oder die Lanthannitratmethode unter Abzug des zugesetzten Reagens als Oxyd in Betracht ziehen, aber mit entsprechendem Ueberschuss der Reagentien. Der Fehler wird dann in der Regel zwischen 10—40 % schwanken. Von diesen beiden Methoden verdient die Lanthanmethode den Vorzug, da man in derselben Zeit eine vollständigere Veraschung erreicht als mit Magnesiumacetat; das Befeuchten der Asche wird seltener notwendig sein. Immerhin ist es vorzuziehen, eine wässrige statt einer 40 %-alkoholischen Lösung zu verwenden, da erstere die Mehlpartikelchen auch bei größeren Mehlen eher zu durchdringen vermag. So gut, wie die Natronlauge durchdringt sie sie allerdings nicht. Der Vorteil des Magnesiumacetats vor dem Lanthannitrat, dass die Asche titrierbar ist, fällt ausser Betracht; denn wenn man sich die Mühe der Titration nehmen will, so soll man die genaueste dieser Methoden, diejenige mit Natronlaugezusatz anwenden.

Man muss sich bei der Lanthanmethode, ebenso wie bei der Magnesiummethode bewusst sein, dass der Fehler je nach der Acidität der Mehlasche schwankt und dass ein Verdampfen von Aschebestandteilen bei der verhältnismässig hohen Temperatur, die angewendet werden muss, nicht zu umgehen ist. Das Resultat ist hingegen von der Grösse des Reagensüberschusses, falls dieses überhaupt in genügender Menge angewendet wird, kaum abhängig, da das Plus an Reagens ja stets in der richtigen Form, als Oxyd, subtrahiert wird.