

Untersuchungen über den Ausmahlungsgrad von Mehlen

Autor(en): **Fellenberg, Th. von**

Objektyp: **Article**

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

Band (Jahr): **37 (1946)**

Heft 1-2

PDF erstellt am: **12.07.2024**

Persistenter Link: <https://doi.org/10.5169/seals-983475>

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.

Untersuchungen über den Ausmahlungsgrad von Mehlen

Von *Th. von Fellenberg*

(Aus dem Laboratorium des Eidg. Gesundheitsamtes)

Den Ausgangspunkt zu den vorliegenden Untersuchungen bildeten eine Reihe von Mehlmustern von ein und demselben Mahlgang, die mir im Jahre 1935 durch Herrn Dr. H. Wehrli, Mühle Tiefenbrunnen, Zürich, in freundlicher Weise zur Verfügung gestellt worden waren. Es handelte sich damals in erster Linie um vergleichende Wasserbestimmungen. Sie wurden von Dr. Wehrli in einem Spezialtrockenschrank mit Ventilation bei 130° während 1 Stunde, von mir bei 103—105° durch Trocknen bis zu konstantem Gewicht ausgeführt. Die erhaltenen Resultate haben heute kein Interesse mehr, da ja inzwischen das Trocknen bei 130°, welches in verschiedenen Ländern schon seit langem angewendet wird, auch bei uns allgemein eingeführt worden ist¹⁾.

Das wertvolle Material, welches in 18 verschiedenen Passagen, sowie zwei daraus bereiteten Mischungen, einem Weissmehl und einem Halbweissmehl bestand, benützte ich zu Versuchen, die darauf abzielten, den Grad der Helligkeit und umgekehrt den Gehalt an Schalenteilen zu bestimmen. Ich verfuhr dabei auf verschiedene Weise und suchte möglichst viele Einzelmerkmale heranzuziehen. Später wurden auch dunkle Mehle und ganzes Getreide in die Untersuchung einbezogen.

Zunächst mögen die einzelnen in Betracht kommenden Bestandteile besprochen werden; dann folgt die Anwendung auf die erwähnten hellen Mehle der Mühle Tiefenbrunnen und auf dunkle Mehle und ganzes Getreide, und schliesslich sollen die Untersuchungsmethoden genauer angegeben werden.

1. Abschätzung des Gehaltes an verholzter Faser mittels der Phloroglucin-Salzsäure-Reaktion

Löst man die Stärke und die Eiweisskörper eines Mehles in einer Mischung von Eisessig und Salzsäure auf, so färben sich die ungelöst gebliebenen Schalenteilchen mit Phloroglucin rot, sie geben also die bekannte Ligninreaktion im Gegensatz zu der Rohfaser des Mehlkerns, die ligninfrei ist.

Ich suchte nun nach einem Verfahren, nach Auszentrifugieren des mit Säure behandelten Mehles die Kleieteilchen durch ihre Ligninreaktion nicht nur zu charakterisieren, sondern unter Vergleichen mit geeignetem Material, sei es Kleie oder Holzmehl, einigermaßen quantitativ abzuschätzen. Es gelang zwar nicht, zu wirklich befriedigenden Resultaten zu kommen, da die Partikelchen in den Mehlen und im Vergleichsmaterial in der Grösse und Dicke zu sehr von einander abweichen. Trotzdem gebe ich im folgenden die durch solche rohe Abschätzung

erhaltenen Zahlen als Lignin berechnet wieder, da sie doch wenigstens den gewaltigen Unterschied zeigen, der bei den einzelnen Passagen zu Tage tritt. Das Verfahren habe ich dann später dazu verwendet, Weissmehle mit bestimmten Typmustern zu vergleichen, um einen eventuellen Zusatz von Backmehl darin festzustellen²⁾.

2. Kleierohfaser und Kleie

Neuerdings versuchte ich auf etwas andere Weise, die Kleiepartikel von den Rohfaserteilchen des innern Mehlkerns abzutrennen und besonders zu bestimmen, weil ich hoffte, so eine Skala zu erhalten, die bei Weissmehl nahezu mit Null begänne und erst bei steigendem Kleiegehalt anstiege, während der auf übliche Weise bestimmte Rohfasergehalt an und für sich schon bei den weissesten, also vollständig kleiefreien Mehlen eine gewisse Höhe erreicht.

Die versuchte Trennung beruht auf der Ausnutzung des verschiedenen spezifischen Gewichts und des verschiedenen Quellungsgrades der Kleierohfaser und der Rohfaser der innern Teile des Getreidekorns.

Behandelt man ein Mehl nach der später gegebenen Vorschrift mit Eisessig und konzentrierter Salzsäure und lässt 15 Minuten stehen, so löst sich praktisch alles bis auf die Faserbestandteile auf. Zentrifugiert man nun, so setzt sich die Kleierohfaser ab, während die viel feiner strukturierte und wahrscheinlich stärker gequollene Rohfaser des Mehlkerns vorwiegend in Suspension bleibt und mit der überstehenden Flüssigkeit abgegossen werden kann. Der Rückstand enthält hauptsächlich die Kleierohfaser, eingebettet in eine in geringer Menge vorhandene gelatinöse Masse, die sich beim Aufkochen mit etwas Eisessig vollständig auflöst. Man verdünnt nun mit Wasser, kocht auf, filtriert durch Asbest und erhält durch Verbrennen des Unlöslichen mit Bichromat-Schwefelsäure ein Mass für die vorhandene Kleierohfaser. Durch Vergleichung mit gravimetrischen Bestimmungen, die mit Weizen und mit Kleie vorgenommen worden sind, liessen sich die Faktoren festlegen, die zur Umrechnung der cm^3 Bichromat in Kleierohfaser und in Kleie selbst anzuwenden sind.

Um die nötigen Unterlagen für die Berechnung zu erhalten, ging man so vor. Man bestimmte die Kleierohfaser bei einem amerikanischen Weizen und bei einer Weizenkleie gravimetrisch aus der Gewichts Differenz vor und nach dem Glühen sowie titrimetrisch durch ihren Bichromatverbrauch bei der nassen Verbrennung.

Die verwendete Weizenkleie hat folgende Zusammensetzung:

Tabelle 1
Analyse einer Weizenkleie

	%	
Wasser	11,89	
Protein	15,43	
Stärke	9,70	
Pentosane	34,89	
Rohfaser nach <i>Bellucci</i>	10,00	
Kleierohfaser		12,60
Asche	5,87	
P ₂ O ₅		2,66
Aschenalkalität		-49,9
Summe	87,78	

Die Rohfaserbestimmungen lieferten folgende Werte:

Weizen, gravimetrisch 1,78 % Kleierohfaser.

titrimetrisch, auf 100 mg berechnet 4,00 cm³ 0,1n-Bichromat,
somit 1 cm³ Bichromat = 0,445 mg Kleierohfaser.

Kleie, gravimetrisch 12,6 % Kleierohfaser.

titrimetrisch, auf 100 mg ber. 25,5 }
26,8 } 26,1 cm³ 0,1n-Bichromat im Mittel,
somit 1 cm³ Bichromat = 0,483 mg Kleierohfaser.

Unsere Kleie ist noch etwas mehlhaltig. Die 9,70 % Stärke entsprechen 14,0 % Weissmehl, wenn wir nach *König* den Stärkegehalt reinsten Weissmehls zu 69,33 % annehmen. Die rohe Kleie enthält somit 86,0 % mehlfreie Kleie.

Es verhalten sich 12,6 mg Kleierohfaser zu 86 mg Kleie wie 0,483 mg Kleierohfaser zu 1 cm³ 0,1n-Bichromat, somit entspricht 1 cm³ 0,1n-Bichromat 3,30 mg Kleie.

Wir haben also die Beziehungen:

1 Teil Kleierohfaser = 6,80 Teile Kleie,
1 cm³ 0,1n-Bichromat = 0,483 mg Kleierohfaser,
1 cm³ 0,1n-Bichromat = 3,30 mg Kleie.

Die Kleierohfaser ist anders zusammengesetzt als die Rohfaser nach *Bellucci*, da sie ohne Oxydationsmittel und in der Kälte gewonnen wird. Zudem ist sie noch fetthaltig. Bei den hellen Mehlen wurde sie vergleichsweise auch unter Aus-

waschen mit Alkohol und Äther gewonnen. Wie erwartet, waren die Werte niedriger als ohne dieses Auswaschen, aber noch bedeutend höher, als nach der Phloroglucin-Salzsäurereaktion zu erwarten gewesen wäre. Die Kleie selbst ergab unter Auswaschen mit Alkohol und Äther 11,11 gegenüber 12,60 % Kleierohfaser.

3. Rohfaser

Man bestimmte in unsern Mehlen auch die Rohfaser nach dem Lebensmittelbuch (Methode *Bellucci*). Bei den hellen Mehlen bereiten diese Bestimmungen Schwierigkeiten, einerseits wegen schlechten Filtrierens, andererseits weil die Glühdifferenz hier nur einige mg ausmacht. Ich arbeitete deshalb eine Mikromethode aus, bei welcher die mit demselben Reagens freigelegte Rohfaser in gleicher Weise wie die Kleierohfaser mit Bichromat-Schwefelsäure verbrannt wird. Als Umrechnungsfaktor konnte hier derjenige der Stärke³⁾ benützt werden, da ja die Cellulose, aus welcher die Rohfaser vorwiegend besteht, dieselbe Bruttoformel wie die Stärke hat und ebenso quantitativ verbrennt.

Die folgende Zusammenstellung gibt vergleichende Bestimmungen der Rohfaser nach dem gravimetrischen und dem titrimetrischen Verfahren wieder. Man fand bei zwei Mehlen der Mühle Tiefenbrunnen:

	Weissmehl	Halbweissmehl
Rohfaser gravimetrisch	5 g = 0,0040 g = 0,080 %	0,0083 g = 0,166 %
Rohfaser titrimetrisch	5 g = 0,66 cm ³ = 0,089 %	1,16 cm ³ = 0,157 %
	0,081 %	1,17 cm ³ = 0,158 %

Über den Grad der Reproduzierbarkeit der titrimetrischen Rohfaserwerte geben auch folgende Doppelbestimmungen Auskunft. Je 0,5 g Mehl ergaben folgende Mengen in cm³ 0,1n-Bichromat:

Mehl	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14
	0,58	0,73	0,63	0,68	0,69	1,15	0,97	1,05	0,99	1,37	0,61	1,35	0,97	0,90
	0,59	0,71	0,61	0,62	0,72	1,17	0,98	1,09	1,00	1,36	0,59	1,35	0,98	0,98

4. Asche

Die Bestimmung der Asche in Mehl ist mit gewissen Schwierigkeiten verbunden. Die Veraschung ohne Zusatz erfordert einen ausserordentlichen Zeitaufwand und hohe Temperaturen, wobei mit Verlust leichter flüchtiger Mineralbestandteile zu rechnen ist. Als Zusätze kommen hauptsächlich Natronlauge, Lanthannitrat und Magnesiumacetat in Betracht.

Die Veraschung mit Natronlauge nach meinem Verfahren⁴⁾ ist theoretisch wohl am richtigsten. Man bestimmt anschliessend die Aschenalkalität, berechnet daraus den Anteil an gebundener und an überschüssiger NaOH und zieht den

erstern als Na-H, den letztern als Na_2CO_3 von der Rohasche ab. Da aber die Bestimmung der Aschenalkalität und die damit verbundene Berechnung umständlich und zeitraubend ist, eignet sich das skizzierte Verfahren nicht gut für die Praxis. Man wird lieber zu dem Lanthannitrat- oder dem Magnesiumacetatverfahren⁵⁾ greifen. In beiden Fällen wird von der Asche das zugesetzte Reagens einfach als Oxyd abgezogen ohne Berücksichtigung des gebundenen Anteils. Man nimmt also einen gewissen Fehler bewusst in Kauf, der mit steigendem Ausmahlungsgrad und gleichzeitig sinkender Aschenalkalität oder eigentlich steigender Aschenacidität zunimmt. Die Methode wandelt sich dadurch in eine konventionelle Methode um, deren Hauptfordernis eine gute Reproduzierbarkeit ist.

Von den beiden Verfahren ist das Lanthanverfahren in der Ausführung angenehmer. Die Verbrennung geht rascher und bei niedrigerer Temperatur vor sich dank der katalytischen Wirkung des Lanthans. Gegenwärtig ist Lanthannitrat im Handel nicht mehr erhältlich, man ist somit mehr oder weniger auf das Magnesiumacetatverfahren angewiesen.

Wie aus der Tabelle 4 hervorgeht, habe ich nach den drei Veraschungsverfahren teilweise recht grosse Differenzen gefunden. Nach dem Lanthan- und dem NaOH-Verfahren fielen die Werte vielfach höher aus, als nach dem Magnesiumacetatverfahren.

Das Magnesiumacetatverfahren wurde in unserm Laboratorium besonders eingehend studiert und zwar durch vier verschiedene Chemiker. Als Material dienten drei Mehle verschiedenen Ausmahlungsgrades, ein Weissmehl (ca. 13 %), ein Halbweissmehl (ca. 70 %) und ein Backmehl (ca. 88 %) ausgemahlen. Man hielt sich dabei genau an die später mitgeteilte Vorschrift, nur war uns anfänglich die Notwendigkeit, zum Schluss kurze Zeit stark zu erhitzen, nicht so gegenwärtig, dass man besonders darauf geachtet hätte.

Tabelle 2
Bestimmung der Mehlasche nach dem Magnesiumacetatverfahren

Analytiker	Weissmehl ca. 13 %	Halbweissmehl 70—20 %	Backmehl 88—20 %
Torricelli	0,38	0,59	1,76
	0,37	0,61	1,79
Hadorn	0,38	0,60	1,83
	0,39	0,60	1,81
Potterat	0,41	0,67	1,85
	0,41	0,67	1,83
v. Fellenberg	0,37	0,64	1,83
	0,37	0,63	1,84

Diese vergleichenden Versuche wiesen nicht ganz die erwartete und gewünschte Präzision auf. Es zeigte sich, dass auch der Wert des Blindversuchs von einem Analytiker zum andern teilweise etwas variierte. Die Verbrennung des Magnesiumacetats für sich allein gab also nicht in allen Fällen genau denselben Wert. Das brachte uns darauf, dass es offenbar nicht immer gelungen war, das Magnesiumacetat quantitativ in Oxyd überzuführen; es war gelegentlich etwas Carbonat übriggeblieben. Bei zu starkem Erhitzen ist andererseits die Verflüchtigung von Mineralsubstanzen der Asche zu befürchten. Es schien uns daher am richtigsten, die Veraschung bei möglichst niedriger Temperatur durchzuführen und erst zum Schluss ganz kurz über der vollen Flamme eines Heizzbrenners zu erhitzen.

Die folgende Tabelle gibt die dabei gefundenen Werte wieder.

Tabelle 3

Weitere Mehlaschenbestimmungen nach dem Magnesiumacetatverfahren

Analytiker	Weissmehl	Halbweissmehl	Backmehl
Hadorn	0,38	0,58	1,60
	0,41	0,59	1,62
Potterat	0,37	0,59	1,73
	0,37	0,58	1,55
v. Fellenberg	0,40	0,56	1,58

Bei diesen Bestimmungen wurde jeweils zweimal geglüht und dabei in der Regel eine Abnahme von mehreren Hundertstel Prozent festgestellt.

Es möge noch erwähnt werden, dass bei dem Weissmehl auch eine Veraschung in einer Quarzschale ohne Zusatz ausgeführt wurde. Man fand nach 2 1/2 stündigem Erhitzen im elektrischen Ofen 0,37 %.

Die 2. Serie von Veraschungen hat also auch keine gute Übereinstimmung zwischen den verschiedenen Analytikern gegeben. Verglichen mit der 1. Serie finden wir beim Weissmehl ähnliche Zahlen, beim Halbweissmehl und besonders beim Backmehl sind sie aber deutlich niedriger.

Es geht aus diesen Versuchen hervor, dass sich die Aschenbestimmung in Mehl überhaupt nicht mit grosser Präzision durchführen lässt.

5. Phosphorsäure

Bedeutend befriedigendere Werte als bei der Aschenbestimmung erhält man bei der Phosphorsäurebestimmung. Ich führte sie ebenfalls nach drei verschiedenen Verfahren aus, durch Titration des Ammoniumphosphormolybdats nach

Dusserre und Chavan⁶⁾, nach dem kolorimetrischen Verfahren von Wuhrmann und Högl⁷⁾, welches auf der Bildung von Molybdänblau beruht und nach meinem eigenen Verfahren⁴⁾, welches sich auf die stufenweise Titration der in Säure gelösten Asche nach Calciumchloridzusatz gründet. Näheres über die letztere Bestimmungsmethode wird später gegeben (s. Tabelle 4).

6. Stärke

Ich komme nun auf einige Bestimmungen zu sprechen, welche zwar nicht bei den Mehlen der Mühle Tiefenbrunnen, wohl aber bei dunkeln Mehlen und ganzen Getreiden angewendet wurden. Da ist vor allem die Stärkebestimmung zu erwähnen. Sie wurde nach meinem Verfahren durch Fällen als Jodstärke und Verbrennen mit Bichromat-Schwefelsäure vorgenommen. Es zeigte sich dabei, dass das Auflösen in der Calciumchloridlösung leichter vor sich geht, wenn die Stärke zuvor verkleistert worden ist.

Ein nicht unwesentlicher Punkt in der Methodik, auf den bisher nicht geachtet worden ist, ist folgender: Wenn einmal die Calciumchlorid-Stärkelösung verdünnt ist, so muss sie sogleich weiter verarbeitet werden, sonst treten Verluste durch Hydrolyse*) ein. Bei Einzelbestimmungen wird man das ja wohl stets ohne weiteres tun. Bei Serienuntersuchungen könnte man aber versucht sein, damit zuzuwarten. Welche Folgen das hat, zeigen nachstehende Versuche. Die Lösung einiger Mehle ergab:

	1	2	3	4
sofort verarbeitet	48,0	47,7	48,3	48,7
nach 8 stündigem Stehen	42,7	36,1	28,2	46,8

Bei einer weitem Probe sank der Wert nach 48 Stunden von 53,0 auf 52,2 %. Die Abnahme ist sehr unregelmässig, aber stets nachweisbar.

7. Pentosane

Es ist vielfach üblich, die Stärke in Mehlen nach Abzug der bestimmbar Bestandteile von 100 aus der Differenz zu berechnen. Wenn schon dieses Verfahren bei hellen Mehlen angängig erscheint, so wird es doch umso unrichtiger, je höher der Kleiegehalt ansteigt, da Kleie grosse Mengen von Pentosanen enthält. Diese verhalten sich aber physiologisch anders als Stärke; es ist daher nicht ohne Interesse, ihren Gehalt kennen zu lernen.

Ich bemühte mich auf verschiedene Weise, den Pentosangehalt von Getreide und dunkeln Mehlen zu bestimmen. Es wurde dabei die Destillationsmethode mit

*) Nach Abschluss der vorliegenden Arbeit teilte mir Dr. U. Weidmann von der agrikulturchemischen Versuchsanstalt Liebefeld mit, dass es sich hier nicht um einen Abbau, sondern um ein Ausfallen der Stärke aus der verdünnten Calciumchloridlösung handle.

Phosphorsäure von *Torricelli*⁸⁾ in meiner Ausführung⁹⁾ benützt. Da ausser den Pentosanen auch die Hexosane ganz erhebliche Furfurolmengen entwickeln, suchte man die Stärke zuvor zu entfernen. Versuche mit Diastase in Form von Malzextrakt führten zu keinen guten Ergebnissen, da die vorgängige Verkleisterung so kleiner Materialproben Schwierigkeiten bereitete. Sehr gut liess sich die Stärke hingegen durch verdünnte Schwefelsäure in Lösung bringen. Bereits 0,25n-Schwefelsäure baute sie bei 2 Behandlungen von je 10 Minuten im Wasserbad vollständig ab. Der Rückstand enthielt aber nur einen kleinen Anteil der gesamten Pentosane, bei Weizenkleie waren von 34,89 % nur noch 6,72 %, also etwa $\frac{1}{5}$ vorhanden. Es zeigte sich dann, dass 1,58 % bereits in kaltem, weitere 1,18 % in heissem Wasser löslich waren, während 25,41 % auf die hydrolysierende Wirkung der 0,25n-Schwefelsäure zu setzen sind.

Da es also nicht angängig ist, die Stärke vor der Pentosanbestimmung zu entfernen, bleibt nur noch der zweite Weg offen, den Gesamtpentosengehalt aus dem entwickelten Furfurol zu berechnen und davon den Anteil abzuziehen, der auf Rechnung der Furfurolbildung aus Stärke zu setzen ist.

Die Stärke verhält sich bezüglich der Furfurolbildung ganz analog wie Glucose. Nach persönlicher Mitteilung von *A. Torricelli* entwickelt Glucose bei der Destillation mit Phosphorsäure 3,95 % Furfurol. Folglich entwickelt Stärke $\frac{180}{162} \cdot 3,95 = 4,39$ % Furfurol.

1 Teil Furfurol entspricht 2,7 Teilen Arabinose oder $\frac{150}{132} \cdot 2,7 = 3,07$ Teilen Pentosan. Der Pentosanwert der Stärke beträgt somit $4,39 \cdot 3,07 = 13,5$ %. Die Stärke ist mit 0,135 zu multiplizieren, um sie in Pentosan umzurechnen.

Die Berechnung des Pentosangehaltes der Mehle ergibt sich somit aus der Formel:

$$\text{Pentosan} = \text{Rohpentosan} - (0,135 \cdot \text{Stärke}).$$

8. Gummi und Trifruktosan

Man suchte nun noch zwei Komponenten zu bestimmen, welche speziell für den Roggen als charakteristisch angesehen werden. Es sind dies Gummi (sog. Roggengummi) und Trifruktosan. Der Gummi bildet einen Bestandteil der Pentosane und zwar der wasserlöslichen.

Der Gummi lässt sich nach Entfernung der Eiweissstoffe mit Alkohol ausfällen, Trifruktosan bildet mit Natronlauge eine in starkem Alkohol schwer lösliche Verbindung. Darauf gründete sich die Isolierung der beiden Stoffe. Die eigentliche Bestimmung geschah bei Gummi durch Überführung in Furfurol wie bei der Pentosanbestimmung, bei Trifruktosan durch Umwandlung in Oxy-methylfurfurol.

Untersuchung der hellen Mehle der Mühle Tiefenbrunnen

Diese Mehle wurden aus folgenden Weizensorten hergestellt:

Manitoba 1	25,0 ‰
Bahia Blanca	35,0 ‰
Rumänischer Weizen	10,0 ‰
Ungarischer Weizen	10,0 ‰
Landweizen	20,0 ‰

Die einzelnen Passagen, welche für das Weissmehl und das Backmehl verwendet wurden und die entsprechenden Ausbeuten sind:

<i>Für Weissmehl</i>		<i>Für Halbweissmehl</i>	
Mahlwalze 1 unten	1,00 ‰	Mahlwalze 1 oben	5,00 ‰
Mahlwalze 2	5,37 ‰	Mahlwalze 4	3,46 ‰
Mahlwalze 3 oben	2,75 ‰	Mahlwalze 5	3,63 ‰
Mahlwalze 3 unten	0,97 ‰	Mahlwalze 6	2,67 ‰
Auflöswalze 2	4,73 ‰	Mahlwalze 7	2,33 ‰
Auflöswalze 3	4,95 ‰	Mahlwalze 8	2,75 ‰
		Auflöswalze 1	4,29 ‰
		Auflöswalze 4	2,28 ‰
		Auflöswalze 5	1,24 ‰
		2. Schrot	1,49 ‰
		3. Schrot	1,86 ‰
		4. Schrot	1,76 ‰
	19,77 ‰		32,76 ‰

Der Ausmahlungsgrad dieses von 1935 stammenden Mehls ist, verglichen mit dem jetzigen Mehl, ein ausserordentlich niedriger; Weissmehl und Halbweissmehl machen zusammen nur 52,53 ‰ aus. Das letztere, welches unter der Bezeichnung Backmehl ging, ist aber auch ausserordentlich hell, mit unserm jetzigen Maßstab gemessen.

Die Begriffe Mahlwalze, Auflöswalze, 2.—4. Schrot können hier nicht erläutert werden.

Die Tabelle 4 gibt die Untersuchungsergebnisse dieser Mehle wieder.

Tabelle 4
Analysenresultate der einzelnen Passagen

Nr.	Bezeichnung	‰ Roh-faser	‰ Kleierohfaser		mg ‰ Lignin	‰ Asche mit			Alka-lität	P ₂ O ₅ nach			
			mit Ae	ohne Ae		La(NO ₃) ₃	NaOH	Mg-ac.		Duss. u. Chav.	Wuhrm. u. Högl	v. F.	Mittel
1.	Auflöswalze 3	0,067	0,017	0,019	1,5	0,43	0,44	0,29	-5,5	0,168	0,166	0,172	0,169
2.	Auflöswalze 2	0,069	0,017	0,022	5	0,43	0,36	0,31	-7,4	0,162	0,172	—	0,167
3.	Auflöswalze 4	0,078	0,025	0,035	0,5	0,46	0,55	0,39	-7,3	0,192	0,194	0,206	0,197
4.	Mahlwalze 1 oben	0,080	0,026	0,030	0,5	0,44	0,46	0,35	-5,8	0,159	0,155	—	0,157
5.	Mahlwalze 3 oben	0,081	0,035	0,038	1	0,45	0,46	0,33	-6,4	0,172	0,174	0,186	0,177
6.	Mahlwalze 2	0,084	0,018	0,022	0,5	0,38	0,47	0,31	-6,3	0,161	0,154	0,183	0,166
7.	fertiges Weissmehl	0,085	0,017	0,025	1	0,41	0,46	—	-6,2	0,172	0,172	—	0,169
8.	Auflöswalze 5	0,089	0,021	0,035	20	0,51	0,57	0,36	-6,3	0,199	0,193	0,211	0,201
9.	Auflöswalze 1	0,092	0,022	0,037	3,5	0,46	0,53	0,32	-6,0	0,169	0,174	0,176	0,173
10.	Mahlwalze 3 unten	0,096	0,023	0,028	0,5	0,43	0,45	0,36	-7,9	0,174	0,179	0,186	0,180
11.	Mahlwalze 1 unten	0,097	0,021	0,017	1	0,42	0,37	0,34	-5,8	0,162	0,170	0,173	0,172
12.	Mahlwalze 5	0,132	0,053	0,055	35	0,50	0,57	0,34	-7,2	0,182	0,196	0,190	0,189
13.	4. Schrot	0,130	0,040	0,059	60	0,55	0,60	0,40	-6,3	0,240	—	0,248	0,244
14.	3. Schrot	0,132	0,043	0,060	100	0,52	0,57	0,49	-6,4	0,235	0,240	0,239	0,238
15.	Mahlwalze 7	0,135	0,030	0,041	50	0,54	0,61	0,47	-7,1	0,222	0,235	0,239	0,232
16.	Mahlwalze 6	0,144	0,040	0,066	50	0,53	0,63	0,44	-7,8	0,230	0,233	0,247	0,237
17.	Mahlwalze 4	0,157	0,053	0,055	70	0,46	0,51	0,36	-6,3	0,195	0,219	0,221	0,212
18.	fert. halbw. Mehl	0,158	0,051	0,051	110	0,59	—	—	—	0,252	—	—	0,252
19.	2. Schrot	0,181	0,064	0,096	225	0,56	0,62	0,49	-6,4	0,263	0,250	0,247	0,253
20.	Mahlwalze 8	0,185	0,053	0,059	140	0,67	0,56	0,56	-7,4	0,285	0,287	0,300	0,291

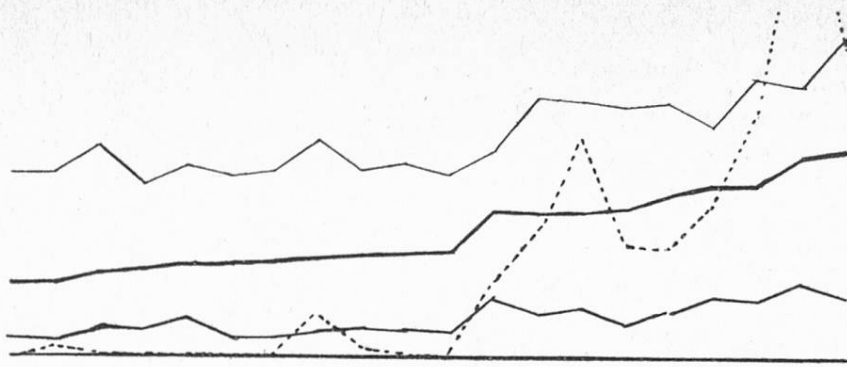


Abb. 1

— Rohfaser
 - - - Kleierohfaser
 ····· Lignin
 — P₂O₅

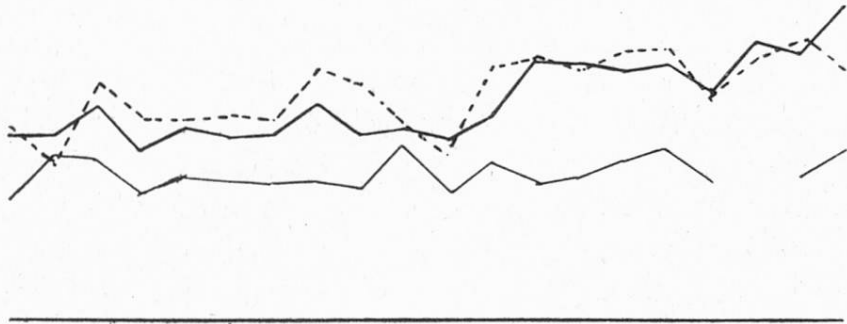


Abb. 2

····· Asche
 — P₂O₅
 - - - Aschenacidität

Die Mehle sind nach steigendem Rohfasergehalt geordnet in der Annahme, das dadurch der Grad der Helligkeit am besten zum Ausdruck komme. Bei den ersten 11 Mehlen sahen wir ein ganz allmähliches, schwaches Ansteigen der Rohfaser; dann gehen die Werte in eine höhere Lage über und steigen wieder allmählich und erst bei den beiden letzten Mehlen stärker an.

Die Phloroglucin-Salzsäurereaktion, ausgedrückt als Lignin, ist bei den ersten 11 Mehlen mit einer oder zwei Ausnahmen äusserst gering, meist zwischen 0,5 und 1,5 mg in 100 g. Nur bei Nr. 2 steigt sie auf 5 und bei Nr. 8 auf 20 mg⁰/₀. Von Nr. 12 an findet ein rascher Aufstieg unter Erreichung von 2 ausgesprochenen Maxima statt. Die Ligninwerte gehen somit wohl im grossen und ganzen, nicht aber bis ins einzelne parallel mit der Rohfaser.

Auffallend sind die gewaltigen Unterschiede bei den einzelnen Mehlen, die von keiner andern Kennzahl auch nur annähernd erreicht werden. Der höchste Wert ist 450 mal höher als der niedrigste. Die Reaktion ist nur bei ganz hellen Mehlen verwendbar, bei dunkleren wäre die Vergleichung mit den Typmustern zu schwierig.

Die Kleierohfaser gibt bei diesen hellen Mehlen meist etwa 2—3 mal niedrigere Werte als die Rohfaser nach *Bellucci*. Die Kurve geht anfangs einigermaßen mit der Phosphorsäure, im spätern Verlauf mehr mit der Rohfaser parallel.

Asche, Aschenalkalität und Phosphorsäure können wir gemeinsam betrachten. Am genauesten sind die Werte der Phosphorsäure. Sie differieren nach den drei Verfahren nicht stark. Über die Schwierigkeiten der Aschenbestimmung wurde bereits gesprochen. Unsere Zahlen bestätigen das Gesagte. Wir haben für das Kurvenbild die mit Natronlaugezusatz erhaltene Asche benützt. Dieselbe Probe lieferte jeweilen auch die Aschenalkalität.

Alle drei Zahlenreihen sind im allgemeinen ziemlich parallel, wenn wir den negativen Wert der Aschenalkalität, also die Aschenacidität für die Kurve verwenden. Mit der Phosphorsäure steigt und sinkt jeweilen gleichzeitig die Aschenacidität und die Asche, abgesehen von einigen Unregelmässigkeiten. So ist die Asche bei Nr. 2, die Aschenacidität bei Nr. 8 zu niedrig.

Das Mehl Nr. 8 (Auflöswalze 5) zeigt überhaupt einige Besonderheiten. Im Verhältnis zur Rohfaser ist der Ligninwert und ferner der Aschen- und Phosphorsäuregehalt auffallend hoch. Nr. 3 (Auflöswalze 4) zeigt ebenfalls erhöhten Aschen- und Phosphorsäuregehalt, und auch die Kleierohfaser zeigt hier eine kleine Erhöhung.

Dies Verhalten, überhaupt der zickzackförmige Verlauf der Kurven gegenüber der Rohfaserkurve zeigt uns, dass Mehle gleichen Rohfasergehaltes sich in bezug auf die Zusammensetzung weitgehend unterscheiden können. Bei der Aufteilung des Weizenkorns durch den Mahlprozess können phosphorreichere und -ärmere Anteile gleichen Rohfasergehaltes auftreten. Diese Möglichkeit erschwert es etwas, aus kleinen Differenzen in den Kennzahlen, wie Rohfaser, Asche, Phosphorsäure, in allen Fällen ganz sichere Schlüsse über den Ausmahlungsgrad zu ziehen. Trotzdem sind aber diese drei Kennzahlen die wichtigsten, auf welche sich die chemische Analyse des Mehls zu stützen hat.

Das Verhältnis zwischen Asche und Rohfaser kann Anhaltspunkte über den Ausmahlungsgrad geben, wie folgende Zahlen zeigen. Ein auf Backmehlzusatz verdächtiges Weissmehl wurde neben 4 authentischen Weissmehlen auf Lanthanasche und Rohfaser untersucht, wobei man das Verhältnis Asche zu Rohfaser bestimmte. Man fand:

Tabelle 5
Verhältnis von Asche und Rohfaser bei Weissmehl

	Asche	Rohfaser	$\frac{\text{Asche}}{\text{Rohfaser}}$
Weissmehl Nr. 1	0,49	0,080	6,1
Nr. 2	0,45	0,092	4,9
Nr. 3	0,46	0,108	4,2
Nr. 4	0,52	0,134	3,9
Verdächtiges Mehl	0,78	0,236	3,3

Das verdächtige Mehl weist einen höhern Aschen-, einen höhern Rohfasergehalt und ein niedrigeres Verhältnis der beiden Komponenten auf als die Weissmehlproben.

Bei den 20 Mehlen der Tabelle 4 errechnen sich folgende Verhältniszahlen:

Nr.	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
$\frac{\text{Asche}}{\text{Rohfaser}}$	6,4	6,2	5,9	5,5	5,4	4,6	4,8	5,7	5,0	4,5

Nr.	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20
$\frac{\text{Asche}}{\text{Rohfaser}}$	4,3	3,8	4,2	4,0	4,0	2,7	2,9	3,7	3,1	3,6

Mit steigendem Rohfasergehalt sinkt das Verhältnis Asche zu Rohfaser.

Untersuchung von dunklem Mehl und ganzem Getreide

Wir gehen nun zu einer Serie von 12 ganzen Getreideproben und 12 Backmehlen des Jahres 1944 über. Das Material wurde uns in verdankenswerter Weise von der Eidg. Getreideverwaltung zur Verfügung gestellt. Die Getreideproben wurden auf einer kleinen Laboratoriums-Handmühle möglichst fein gemahlen. Diese Mehle sind von den dunkelsten, die uns der 2. Weltkrieg brachte; sie sind zu ungefähr 90 % ausgemahlen. Die folgende Tabelle gibt Auskunft über ihre Zusammensetzung aus den verschiedenen damals zur Verfügung stehenden Getreidesorten und über den Ausmahlungsgrad.

Tabelle 6
Zusammensetzung und Ausmahlungsgrad der Backmehlproben

	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12
Inlandweizen	20	33	45		45		10	30	31	45	10	29
Inlandkorn					5							
Inlandmischel								8				3
Ungarischer Weizen	40	16	10	10	10	15	40	10	25	20		25
Manitoba Weizen						65		30				
Bahia Blanca Weizen		8	10									
La Plata Weizen							10	15				
Heavy Dark Weizen	40	38	30	85	35		35	5	39	30	85	39
Roggen					5		5					
Inlandroggen			5	5					5			3
Auslandroggen		5										
Dänischer Roggen										5	5	
Inlandweizen und -roggen						20						
Ausmahlungsgrad %	90,3	90	88,5	90,5	90,6	—	89,5	90,1	93	91,5	90	93

Ausser Inlandweizen wiegt bei diesen Mehlen im allgemeinen Heavy Dark-Weizen und ungarischer Weizen vor. Abgesehen von zwei Fällen enthalten die Mehle stets einen Zusatz von Roggen, und zwar meist von 5 %.

In der folgenden Tabelle sind nun unsere Untersuchungsergebnisse zusammengestellt.

Tabelle 7
Getreide und Backmehl (88,5—93 %ig) von 1944

Weizen (1—9) und Roggen (10—12)		1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12
Wasser	%	13,25	13,37	13,05	12,10	12,47	12,72	11,91	12,31	12,80	12,14	13,06	13,29
Protein	%	13,04	12,79	14,58	14,19	13,83	14,61	13,67	14,97	15,56	12,06	11,86	9,75
Stärke	%	51,4	52,2	50,3	50,2	48,8	48,9	49,8	48,8	48,6	44,9	46,9	48,6
Pentosan	%	9,48	10,01	11,18	13,37	9,51	9,89	9,90	10,30	11,73	10,55	10,50	13,34
Gummi	%	4,5	5,6	3,3	3,4	5,3	4,1	4,0	4,0	3,6	11,6	10,9	10,9
Trifruktosan	%	0,8	1,4	0,7	0,7	1,3	0,9	0,6	0,6	0,8	2,6	2,8	3,2
Fett	%	2,25	2,01	2,27	1,95	1,32	2,70	2,57	2,70	2,62	2,14	2,15	2,09
Rohfaser	%	2,36	2,44	2,32	2,40	2,46	2,63	2,57	2,45	2,55	3,03	2,75	2,11
Kleierohfaser	%	2,26	2,15	2,06	2,13	2,03	2,27	2,22	2,22	2,22	2,75	2,42	2,18
Kleie	%	15,2	14,7	14,1	14,6	13,8	15,5	15,2	15,2	15,2	18,2	13,7	14,8
Asche (mit NaOH)	%	1,96	2,24	2,27	1,82	1,91	1,81	1,55	1,90	1,39	1,50	2,17	1,56
P ₂ O ₅	%	0,87	0,88	1,10	0,87	0,88	0,59	0,75	0,52	0,60	0,62	0,58	0,72
Aschenalkalität		-21,2	-21,3	-24,5	-22,1	-19,9	-19,5	-14,3	-22,3	-18,3	-15,7	-22,7	-21,5
Bilanz I		94,53	96,45	96,71	96,76	91,56	94,13	92,59	93,91	96,07	88,93	92,15	94,05
Bilanz II		97,90	98,71	97,27	95,54	93,43	97,34	94,00	96,48	96,97	95,24	95,24	93,03
Mehl		1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12
Ausmahlung	%	90,3	90	88,5	90,5	90,6	—	89,5	90,1	93	91,5	90	93
Wasser	%	13,19	13,41	13,76	14,22	14,35	14,22	13,96	14,39	13,75	13,68	13,32	13,96
Protein	%	12,84	14,84	14,38	14,95	13,81	14,77	12,87	13,76	13,62	13,68	15,30	13,91
Stärke	%	52,1	53,0	50,5	53,0	51,7	50,4	51,6	53,1	52,1	50,7	50,8	49,1
Pentosan	%	11,49	10,39	9,94	10,39	8,27	10,58	9,79	10,41	11,08	11,88	10,02	11,89
Fett	%	2,40	2,59	2,40	2,47	2,52	2,71	2,32	2,50	2,55	2,62	2,50	2,44
Rohfaser	%	1,50	1,63	1,57	1,63	1,53	1,79	—	1,61	1,74	—	1,79	1,67
Kleierohfaser	%	1,55	1,47	1,76	1,64	1,53	1,52	1,51	—	1,34	1,51	1,64	1,55
Kleie	%	10,3	10,0	11,6	11,2	10,5	10,4	10,3	—	9,2	10,3	11,2	10,6
Asche (mit Mg-acetat)	%	1,47	1,61	1,39	1,76	1,57	1,69	1,30	1,47	1,49	1,56	1,55	1,56
P ₂ O ₅	%	0,70	0,62	0,86	0,61	0,71	0,67	0,62	0,59	0,59	0,60	0,65	0,59

Aus den Getreideanalysen haben wir versucht, die Bilanz zu ziehen. Wir können dabei auf zweierlei Weise vorgehen. Entweder addieren wir Wasser, Protein, Stärke, Pentosane, Trifruktosan, Fett, Rohfaser und Asche (Bilanz I) oder aber wir lassen Pentosane und Rohfaser weg und setzen dafür die Kleie ein (Bilanz II). Es wurden beide Berechnungen vorgenommen; nach der zweiten erhält man etwas höhere Werte. Nicht inbegriffen in unsern Bilanzen sind die löslichen Hexosane. *H. Hadorn* fand bei dem Weizen Nr. 1 keinen direkt reduzierenden Zucker, wohl aber 2,73 % nach schwacher Inversion, als Saccharose berechnet. Ob es sich dabei wirklich nur um Saccharose handelt und nicht etwa auch um aus Pentosan entstandene Pentose, müsste noch genauer untersucht werden.

Addieren wir beim Mehl Nr. 1 diese 2,73 % Zucker, so finden wir nach der ersten Berechnungsart 97,25, nach der zweiten 100,63 % bestimmbare Anteile.

Die Bilanzierung unter Berücksichtigung der Kleie gibt höhere Werte, weil letztere offenbar Stoffe enthält, die in der Bilanz I nicht enthalten sind. Die Divergenz der beiden Berechnungsarten zeigt, dass der Bilanzierung mehr nur eine orientierende Bedeutung zukommt.

Der Gummi macht bei den Weizensorten etwa $\frac{1}{3}$ — $\frac{1}{2}$ der Pentosane aus, bei Roggen den Hauptbestandteil davon. Es ist diesen Zahlen aber einstweilen kein grosser Genauigkeitswert beizulegen. Die Methode müsste noch gründlicher ausgearbeitet werden.

Trifruktosan, welches gleich wie der Gummi als ein charakteristischer Bestandteil des Roggens angesehen wird, ist im Weizen zu 0,6—0,9, in einem Fall zu 1,4 % gefunden worden, bei Roggen zu 2,6—3,2 %. Auch hier gilt bezüglich der Genauigkeit der Methode dasselbe wie für Gummi.

Bei den Getreideproben zeigen sich teilweise ziemlich beträchtliche Gehaltsschwankungen. Der Proteingehalt des Weizens (einschliesslich Dinkel) schwankt zwischen 12,79 und 15,56 %, der Fettgehalt zwischen 1,32 und 2,62, der Aschengehalt zwischen 0,91 und 2,27 %. Recht konstant ist der Rohfasergehalt mit 2,32—2,63 %. Der Roggen zeigt im Proteingehalt Werte von 9,75—12,06, im Fettgehalt nur geringe Schwankungen zwischen 2,01 und 2,14 %, während hier der Rohfasergehalt von 2,11—3,03 % differiert.

Die Mittelzahlen für Weizen (einschliesslich Dinkel), Roggen und Backmehl sind:

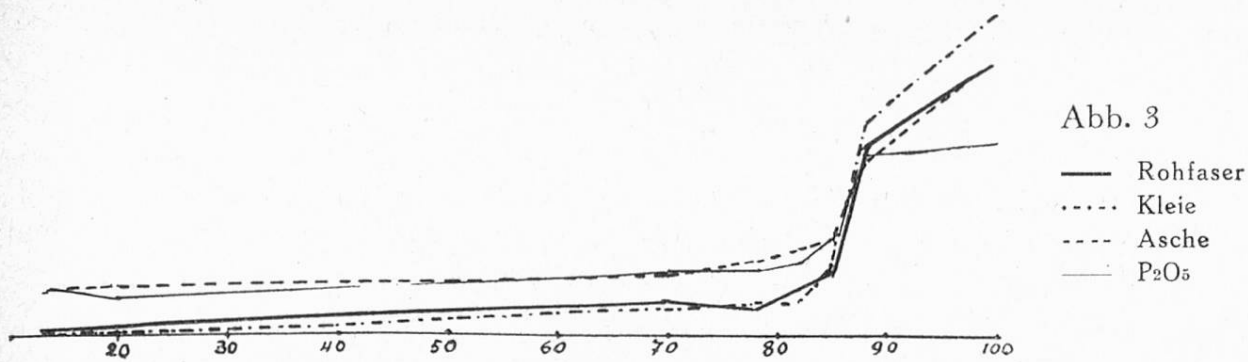
	Weizen	Roggen	Backmehl
Protein	14,14	11,22	14,06
Fett	2,38	2,13	2,50
Rohfaser	2,46	2,63	1,90
Asche	1,87	1,78	1,54

Die Backmehlproben unterscheiden sich im Gehalt an Protein, Stärke, Fett, Asche wenig von den ganzen Getreideproben, wohl aber sind Rohfaser und Phosphorsäure gegenüber Weizen und Rohfaser auch gegenüber Roggen deutlich erniedrigt, die Aschenalkalität ist erhöht.

Der Kleiegehalt beträgt bei ganzem Weizen 13,8 — 15,5, bei Roggen steigt er bis auf 18,2 %/o. Bei den Mehlen finden wir meist zwischen 10,0 und 11,6, in einem Fall nur 9,2 %/o. Genauere Beziehungen zwischen dem Ausmahlungsgrad und dem Kleiegehalt lassen sich bei diesen Mehlen, die ja alle sehr hoch ausgemahlen sind, nicht finden. Die nächste Tabelle gibt aber die Analysenzahlen von Mehlen sehr verschiedenen Ausmahlungsgrades, welche teilweise von der eidg. Kommission für Kriegsernährung als Grundlage für ein Nachkriegsbrot diskutiert worden sind. Einige dieser Mehle sind bereits in den früheren Tabellen enthalten.

Tabelle 8
Untersuchung von Mehlen verschiedenen Ausmahlungsgrades

		1 Weiss- mehl ca. 13 %/o	2 Weiss- mehl 19,8 %/o	3 Halbw.- mehl 52,5 - 19,8 %/o	4 Halbw.- mehl ca. 70 %/o	5 Back- mehl 70 - 20 %/o	6 Back- mehl 76 - 20 %/o	7 Back- mehl 78 %/o
Rohfaser	%/o	0,077	0,085	0,158	0,28	0,23	0,36	0,23
Kleierohfaser	%/o	0,03	0,025	0,05	0,19	0,17	0,22	0,23
Kleie	%/o	0,21	0,17	0,35	1,30	1,12	1,45	1,52
Asche	%/o	0,40	0,46	0,59	0,56	0,56	0,73	0,69
P ₂ O ₅	%/o	0,21	0,17	0,25	0,30	0,27	0,32	0,30
Aschenalkalität		—	—6,2	—	—	—7,6	—9,4	—9,1
		8 Back- mehl 78,5 - 20 %/o	9 Back- mehl 82 %/o	10 Back- mehl 82,2 - 20 %/o	11 Back- mehl 85 %/o	12 Back- mehl ca. 88 %/o	13 Ganzer Weizen 100 %/o	
Rohfaser	%/o	0,39	0,40	0,48	0,52	1,69	2,44	
Kleierohfaser	%/o	0,27	0,28	0,39	0,47	1,41	2,15	
Kleie	%/o	1,74	1,82	1,57	3,15	9,65	14,7	
Asche	%/o	0,82	0,80	0,87	0,87	1,59	2,24	
P ₂ O ₅	%/o	0,36	0,34	0,43	0,42	0,83	0,88	
Aschenalkalität		—9,1	—9,3	—10,6	—10,4	—	—21,3	



Bei dem Kurvenbild wurden nur diejenigen Mehle berücksichtigt, bei welchen kein Abzug an Weissmehl erfolgt war. Wo ein solcher Abzug erfolgt, macht sich natürlich der Einfluss des dunkeln Anteils stärker bemerkbar.

Der Masstab ist bei den verschiedenen Komponenten verschieden gewählt, so dass die Kurven einen ähnlichen Höchstwert erreichen.

Der Kleiegehalt fängt bei Weissmehl mit ganz niedrigem Werte, ca. 0,2 %, an. Wie wir gesehen haben, sind die Werte in Wirklichkeit noch viel niedriger, der Kleiegehalt ist sozusagen Null. Er steigt dann ganz allmählich an bis zum Ausmahlungsgrad von 82 %, verdoppelt sich bis 85 % nahezu und geht von da an weiter rapid in die Höhe. Bei 82 % Ausmahlung ist also bei diesen Mehlen ungefähr die Grenze, bei welcher die Kleie beginnt, in grösserer Menge aufzutreten.

Was für die Kleie gesagt wurde, gilt auch für die Rohfaser; nur beginnt sie bereits mit höherem Werte als die Kleierohfaser, aus welcher wir ja die Kleie berechnen.

Die Asche beginnt mit noch höhern Gehalten. Die Weissmehle enthalten nur etwa 5—6 mal weniger Asche als der ganze Weizen, während das Verhältnis bei der Rohfaser etwa 1 : 30, bei der Kleierohfaser etwa 1 : 60 war.

Die Phosphorsäurekurve schliesst sich den andern Kurven an. Hier ist aber das Verhältnis von Weissmehl zu ganzem Weizen noch etwas ungünstiger als bei der Asche, indem der Weizen nur 4—5 mal mehr Phosphorsäure enthält als Weissmehl.

Wir sehen aus unserer Tabelle, dass alle untersuchten Komponenten, Rohfaser, Kleierohfaser bzw. Kleie, Asche und Phosphorsäure geeignet sind, uns einen Aufschluss über den Ausmahlungsgrad eines Mehles zu geben, dass aber Rohfaser und Kleierohfaser die grössten Unterschiede geben.

Im folgenden mögen die angewendeten Untersuchungsmethoden, soweit sie Neues bringen, genauer beschrieben werden.

Angewendete Untersuchungsmethoden

Schätzung der verholzten Faser mittels der Phloroglucin-HCl-Reaktion

Vergleichsmaterial. Buchenholz wird mit einer feinen Feile radial gefeilt. 5 mg Holzmehl werden mit 2 cm³ 80%iger Essigsäure aufgekocht, nach dem Erkalten mit 2 cm³ konz. HCl und etwas Phloroglucin versetzt und die Aufschwemmung mit 80%iger Essigsäure auf 10 cm³ aufgefüllt.

0,5 g Mehl wird mit 2 cm³ Eisessig und ungefähr 10 mg Phloroglucin aufgekocht und nach dem Abkühlen portionenweise aus einer Bürette unter kräftigem Umschütteln mit 8 cm³ konz. Salzsäure versetzt. Falls gröbere Partikel vorhanden sind, verreibt man diese mit einem Glasstab, lässt 15 Minuten stehen und zentrifugiert 5 Minuten in einer *Gerber* Zentrifuge. Die überstehende Flüssigkeit wird sorgfältig in einem Guss abgegossen. Der Bodensatz weist je nach seinem Gehalt an verholzter Faser, also an Schalenteilen rote Partikelchen auf. Man schätzt ihren Gehalt ab, indem man von der Buchenholzaufschwemmung so viel in ein Reagensglas einpipettiert, dass derselbe Gehalt an roten Teilen erreicht ist. Man berechnet die Schalenteilchen als Lignin, wobei man den Gehalt des Buchenholz an Lignin als 50 % annimmt.

Um das Absetzen der Buchenholzaufschwemmung während des Abmessens möglichst zu verhindern, empfiehlt es sich, sie vor dem Auffüllen auf 10 cm³ mit einigen cm³ einer Auflösung von Weissmehl in Essigsäure und Salzsäure zu versetzen.

Bestimmung der Kleierohfaser und der Kleie in Mehl

0,5 g helles oder 0,2 — 0,3 g dunkles Mehl werden in einem Reagensglas wie im vorhergehenden Abschnitt angegeben mit Eisessig und Salzsäure behandelt, wobei aber der Zusatz von Phloroglucin nicht nötig ist. Nach dem Abgiessen der auszentrifugierten Lösung versetzt man den Rückstand mit 2 cm³ Eisessig und kocht auf, wobei sich die vorhandenen schleimigen Stoffe auflösen. Man setzt 10 cm³ heisses Wasser zu, kocht wieder auf und filtriert durch ein Asbestfilterchen, welches man sich bereitet, indem man in ein Trichterchen von 3,5 cm Durchmesser einen kleinen Pfropfen Glaswolle steckt und diesen mit ausgeglühtem, aufgeschwemmtem Asbest in dünner Schicht übergiesst. Die Filtration der heissen Flüssigkeit erfolgt unter leichtem Absaugen, wobei man jedesmal, wenn man Flüssigkeit aufgiesst, die Asbestschicht mit einem Glasstab leicht niederdrückt, um zu verhindern, dass sie aufgewirbelt wird. Man wäscht gründlich mit heissem Wasser aus, mindestens mit 3—4 Filterfüllungen, damit auch die HCl bis auf die letzte Spur entfernt wird, da sie bei der Verbrennung stören würde. Man bringt nun das Filterchen oder auch nur die obere Schicht, den Asbest, in das Reagensglas, setzt 0,2 n-Bichromatlösung und konz. Schwefelsäure zu und erhitzt bis zum eben beginnenden Sieden. Für Weissmehl genügt in der Regel 1 cm³ Bichromatlösung, für Backmehl sind je nach dem Ausmahlungsgrad 2,5

bis 5 cm³ notwendig. Man setzt doppelt so viel konzentrierte, reine Schwefelsäure zu, wie Bichromat, kocht auf und lässt erkalten. Dann verdünnt man die Lösung mit 20 mal mehr Wasser, als H₂SO₄ verwendet worden ist, setzt bei den kleinern Bichromatlösungen 0,5, bei den grössern 1 cm³ 10%ige KJ-Lösung zu und titriert das ausgeschiedene Jod mit 0,1 n-Thiosulfatlösung zurück.

Berechnung: 1 cm³ 0,1 n-Bichromat entspricht 0,483 mg Kleierohfaser oder die 6,8-fache Menge, d. i. 3,3 mg Kleie.

Rohfaserbestimmung in Mehl (Mikro-Bellucci)

Reagens: Mischung von 80 cm³ Eisessig, 20 cm³ Wasser und 10 cm³ konz. Salpetersäure.

Bei hellen Mehlen werden 0,5 g, bei dunklen je nach dem Ausmahlungsgrad 0,2 — 0,3 g in einem Reagensglas zunächst mit 1 cm³ Reagens versetzt und sorgfältig geschüttelt, damit das Mehl vollständig benetzt wird. Dabei vermeide man ein Hinaufschleudern von Mehlteilchen an die Wandungen des Reagensglases. Man fügt nun sorgfältig weitere 4 cm³ Reagens zu, stellt das Reagensglas in ein siedendes Wasserbad und erhitzt 20 Minuten, wobei man nach den ersten 5 oder 10 Minuten, wenn sich das Mehl aufgelöst hat, kurz umschüttelt.

Man kocht zum Schluss über freier Flamme auf und filtriert, wie im vorhergehenden Abschnitt angegeben, durch Asbest. Man wäscht mit 1 cm³ heissem Reagens, dann mit 2—3 Trichterfüllungen heissem Wasser unter leichtem Absaugen nach, indem man auch hier beim Aufbringen des Wassers den Asbest mit einem Glasstab niederdrückt, damit er nicht aufgewirbelt wird. Man lässt nun etwas 95%igen Alkohol durchsaugen, wäscht 3 mal mit wenig Äther nach und darauf mit etwas kaltem und mit 2 Füllungen heissem Wasser. Würde man nach dem Waschen mit Äther sogleich heisses Wasser verwenden, so könnte der in den Asbestfasern noch vorhandene Äther ins Sieden kommen und das Filter verderben.

Man verbrennt das Filter samt Rückstand mit Bichromat-Schwefelsäure, wie im vorhergehenden Abschnitt angegeben.

1 cm³ 0,1 n-Bichromat entspricht 0,675 mg Rohfaser.

Stärkebestimmung in Mehl

Ca. 50 mg Mehl werden auf einer Halbmikrowaage auf $\frac{1}{20}$ mg genau abgewogen und in einem geräumigen Reagensglas (18 : 180 mm) mit 5 cm³ 60%igem Alkohol geschüttelt und auszentrifugiert. Man giesst den Alkohol ab, setzt zum Rückstand 0,5 cm³ Wasser und einige mg CaCO₃ und kocht ungefähr eine Minute, um die Stärke möglichst zu verkleistern. Man fügt 3 cm³ gesättigte Calciumchloridlösung zu und kocht unter beständigem Umrühren mit einem Glasstab 5 Minuten, kühlt ab, verdünnt die Flüssigkeit mit 15 cm³ Wasser, wobei man den Glasstab damit abspült. Man zentrifugiert nun 5 Minuten in der *Gerber-*

schen Milchzentrifuge, giesst die klare Flüssigkeit durch ein kleines, loses Wattebäuschchen und fängt das Filtrat in einem 50 cm³ Masskolben auf. Der Rückstand wird 2 mal mit etwas Wasser nachgespült. Nun bringt man den Wattebausch wieder in das Reagensglas zurück und kocht ihn noch 2 Minuten mit 2 cm³ Calciumchloridlösung. Man kühlt wieder ab, verdünnt mit etwas Wasser, zentrifugiert und giesst die Flüssigkeit durch einen neuen Wattebausch in das Masskölbchen und wäscht 2 mal mit etwas Wasser nach. Der Rückstand soll mit Jodlösung keine Blaufärbung mehr geben.

Die Flüssigkeit muss sofort weiter verarbeitet werden. Sie wird auf 50 cm³ verdünnt und gründlich auszentrifugiert. 20 cm³ davon werden nun mit 0,02 n-Jodlösung versetzt, bis eine deutliche Ausflockung von Jodstärke erfolgt, wozu meist etwa 1 cm³ Jodlösung notwendig ist. Man lässt stehen, bis sich die Ausflockung zusammenballt und zentrifugiert von der braun gefärbten Lösung ab. Die Flüssigkeit wird abgegossen und der Rückstand 2 mal unter Zentrifugieren mit 5 cm³ 60%igem Alkohol ausgewaschen. Man setzt 1 cm³ Wasser zum Rückstand und kocht dieses bis auf einen kleinen Rest ab, nicht nur, um die Jodstärke zu zersetzen, sondern auch, um den Rest von Alkohol, der im Rückstand noch vorhanden ist, restlos zu entfernen. Der Rückstand wird mit 5 cm³ 0,2 n-Bichromat und 6 cm³ konz. Schwefelsäure verbrannt.

1 cm³ 0,1 n-Bichromat entspricht 0,675 g Stärke.

Pentosanbestimmung in Mehl

Man verfährt im ganzen nach meiner Modifikation der *Torricellischen* Methode¹⁰).

Ca. 25 mg Mehl, auf einer Halbmikrowaage auf 1/20 mg genau abgewogen, werden in einem *Claisen*kolben mit 4 cm³ Phosphorsäure versetzt und mit Wasserdampf bei einer Temperatur von 150° destilliert, bis 50 cm³ übergegangen sind. Eine angemessene Menge Destillat, meist 1 cm³, wird zu einer erkalteten Mischung von 0,4 cm³ Anilin und 3,6 cm³ Eisessig gegeben und die Flüssigkeit auf 5,2 cm³ ergänzt. Falls 1 cm³ Destillat verwendet worden ist, fügt man also 0,2 cm³ Wasser zu. Nach 30—35 Minuten langem Stehen im Dunkeln wird im *Zeiss*schen Stufenphotometer bei Filter S 47 in der 1 cm-Cuvette photometriert, wobei eine Mischung der Reagentien mit Wasser als Vergleichslösung dient.

Die Berechnung geschieht nach folgender Formel:

$$\% \text{ Rohpentosane} = (E + 0,016) 1,97 p \cdot 1,2n, \text{ wobei}$$

E = Extinktion bei Filter S 47 in Cuvette 1 cm,

p = mg Ausgangsmaterial,

n = cm³ verwendetes Destillat.

Vom Rohprotein ist der Betrag abzuziehen, welcher dem aus der Stärke entstandenen Furfurol zuzuschreiben ist. Es ist dies $0,1772 \times$ Stärke.

Es sind somit $\% \text{ Pentosane} = \% \text{ Rohpentosane} - 0,1772 \times \% \text{ Stärke}$.

Bestimmung von Gummi (sog. Roggengummi) und Trifruktosan in Mehlen

*Gummi*¹¹⁾. 1 g Mehl wird in einem geräumigen Reagensglas mit 10 cm³ Wasser versetzt und nach 5 Minuten langem Schütteln 5 Minuten in einer *Gerberschen* Milchzentrifuge ausgeschleudert. Man giesst die Flüssigkeit ab, kocht sie auf, versetzt sie mit 0,05 cm³ 10%iger Essigsäure, wobei eine flockige Ausfällung der Proteinstoffe erfolgt. Man zentrifugiert wieder ab und fällt 5 cm³ des Zentrifugates mit 20 cm³ 95%igem Alkohol, wobei sich der Gummi ausscheidet. Man zentrifugiert nach einiger Zeit und giesst die klare Lösung in ein Reagensglas, um sie zur Bestimmung des Trifruktosans zu verwenden.

Die Alkoholfällung wird mit 80%igem Alkohol gewaschen und der Alkohol gut austropfen gelassen. Man versetzt nun den Gummi mit 0,5 cm³ Wasser, wobei er sich von den Wandungen des Reagensglases ablöst, giesst ihn in einen *Claisenkolben* und spült unter Erwärmen 2 mal mit 2 cm³ Phosphorsäure nach. Man destilliert nun genau wie bei der Pentosanbestimmung angegeben und führt auch die Berechnung in gleicher Weise aus, da der Gummi ein echtes Pentosan ist.

*Trifruktosan*¹²⁾. Die von dem ausgefällten Gummi abgegossene alkoholische Lösung wird mit 0,2 cm³ 50%iger Natronlauge versetzt und umgeschwenkt. Man lässt im Eisschrank bis am nächsten Tag stehen, zentrifugiert 15 Minuten aus und giesst die überstehende Flüssigkeit von dem ausgefallenen Trifruktosannatrium ab. Dieses wird mit 95%igem Alkohol gewaschen und 15 Minuten mit 1 cm³ 5n-HCl und 2,5 cm³ Wasser mit aufgesetztem Birnenkühler im Wasserbad erhitzt, um es in Oxymethylfurfurol überzuführen.

Die Bestimmung des Oxymethylfurfurols geschieht durch Fällen mit Phloroglucin und Verbrennung des Niederschlags mit Bichromat-Schwefelsäure¹³⁾.

1 cm³ 0,1 n-Bichromat entspricht 1,49 mg Trifruktosan.

Aschebestimmung in Mehl nach dem Magnesiumacetatverfahren

Reagentien: Ca. 0,1n-Magnesiumacetatlösung. Man löst 7,3 g (CH₃COO)₂Mg+2H₂O unter Zusatz von 0,5 cm³ Eisessig und 400 cm³ 95%igem Alkohol zum Liter. Salpetersäure 1+4.

5 g Mehl werden in einer mit Uhrglas bedeckten Platinschale abgewogen, mit 10 cm³ Magnesiumacetatlösung versetzt und mit einem Glasstab zu einem gleichmässigen Brei verrieben. Der Glasstab wird nun mit etwas Wasser abgespült, der Brei wird auf dem Wasserbad eingedampft und im Muffelofen bei niedriger Temperatur verbrannt. Wenn keine Glut mehr sichtbar ist, nimmt man die Schale aus dem Ofen, fügt zum Rückstand 5—10 cm³ Wasser und filtriert durch ein aschenfreies Filter oder durch ein Wattebäuschchen von etwa 10 mg Gewicht. Der Aschegehalt der Watte kann unberücksichtigt bleiben, da er kaum 0,02 mg beträgt. Man spült 2 mal mit etwa 5 cm³ Wasser nach. Sollte das Filtrat eine weissliche Trübung von MgO aufweisen, so setzt man 2—3 Tropfen Sal-

petersäure zu. Das Filter samt der darauf liegenden Kohle, wird in die Schale zurückgebracht, auf dem Wasserbad getrocknet und über freier Flamme verbrannt. Es hinterbleibt eine graue Asche. Man befeuchtet die mit einigen Tropfen Salpetersäure, trocknet auf dem Wasserbad und glüht vorsichtig. Wenn nötig, wiederholt man die Salpetersäurebehandlung.

Zu der völlig weissen Asche gibt man den wässerigen Auszug, dampft auf dem Wasserbad zur Trockne ein und glüht kräftig mit starker Flamme. Ein starkes Glühen ist notwendig, um allfällig noch vorhandene Nitrate völlig zu zersetzen und $MgCO_3$ vollständig in MgO umzuwandeln. Nach dem Abkühlen wägt man die Schale unter Bedeckthalten mit dem Uhrglas, glüht zur Kontrolle nochmals 1 Minute und wägt wieder.

In einem Blindversuch werden 10 cm^3 Magnesiumacetatlösung eingedampft, kräftig geglüht und gewogen. Durch Subtraktion des Blindwertes von der Rohasche und Multiplikation der Differenz mit 20 erhält man die Prozent Asche des Mehles.

Acidimetrische Phosphorsäurebestimmung in Mehl

Bei Anlass von Aschenalkalitätsbestimmungen habe ich⁷⁾ vor nahezu 30 Jahren ein titrimetrisches Verfahren der Phosphorsäurebestimmung angegeben, welches ich damals mehr als approximativ betrachtete, welches sich aber seither bei manchen Nachprüfungen als recht genau erwies. Es eignet sich besonders da, wo ziemlich grosse Phosphorsäuremengen zugegen sind, da die verbrauchte Titrationsflüssigkeit verhältnismässig gering ist.

Ich gebe die Methode hier so, wie man sie am einfachsten ausführt, wenn man nicht daneben die Aschen- und die Alkalitätsbestimmung machen will.

5 g Mehl werden in einer Platinschale mit 5 cm^3 0,1n-Natronlauge verrührt. Der dabei benützte Glasstab wird abgespritzt und der Brei auf dem Wasserbad getrocknet und im Muffelofen verbrannt. Die zurückbleibende Kohle wird 3 mal mit etwas Wasser ausgelaugt, durch einen Wattebausch filtriert und fertig verbrannt. Man fügt zu der in der Schale verbleibenden Asche 2 cm^3 n-Schwefelsäure, fügt auch das Filtrat hinzu und erwärmt auf dem Wasserbad. Man fügt nun einen Tropfen Methylorangelösung hinzu und neutralisiert nahezu mit 0,1n-Natronlauge. Man erhitzt noch einige Zeit, um die Kohlensäure vollständig zu entfernen, dampft nach Belieben auch etwas ein, spült die Flüssigkeit in einen *Erlenmeyer*kolben, kühlt auf Zimmertemperatur und neutralisiert genau auf die Färbung, welche eine Gegenprobe mit Brunnenwasser und Methylorange zeigt. Nun fügt man Phenolphthalein und 3—4 Tropfen gesättigte Calciumchloridlösung zu und titriert mit 0,1n-Natronlauge etwas über, also auf ein tiefes Rot, und nimmt den Überschuss mit 0,1 n-Säure wieder zurück, so dass eine ganz blasse rötliche Färbung bleibt, die mit einer Spur Säure verschwindet.

Berechnung. Die Titration erfolgt von der Stufe NaH_2PO_3 zu der Stufe $Ca_2(PO_4)_3$. Es werden somit $\frac{2}{3}$ der H-ionen der Phosphorsäure titriert.

1 cm^3 0,1n-NaOH entspricht $1,5 \cdot 0,002368$ oder $0,00355\text{ mg P}_2\text{O}_5$.

Zusammenfassung

1. Für den Feinheitsgrad von Weissmehlen ist die Ligninreaktion mit Phloroglucin und Salzsäure nach Vorbehandlung des Mehls mit Eisessig und Salzsäure das empfindlichste Merkmal. Es ist aber etwas schwer, sie zahlenmässig auszuwerten.

2. Die «Kleierohfaser», die bei dieser Behandlung freigelegt wird, lässt sich abtrennen und bestimmen. Sie ist aber stets noch mit Rohfaser aus den innern Teilen des Getreidekorns verunreinigt. Aus der Kleierohfaser lässt sich bei den dunkleren Mehlen der Kleiegehalt berechnen.

3. Neben der Kleierohfaser geben auch die Rohfaser nach *Bellucci*, Asche, Phosphorsäure, Aschenalkalität gute Merkmale zur Beurteilung des Ausmahlungsgrades. Die Rohfaser eignet sich besser als die übrigen genannten Komponenten, da sie grössere Unterschiede bei weissem und dunklem Mehl aufweist. Noch grössere Unterschiede liefert die Kleierohfaser.

4. Die Untersuchung von Getreide führte zu einer Überarbeitung des Stärkebestimmungsverfahrens des Verfassers und zur Ausarbeitung von Verfahren zur Bestimmung der Pentosane, des Gummis (Roggengummi), des Trifructosans.

5. Die Aschenbestimmung wurde nach 3 Verfahren ausgeführt. Das Magnesiumacetatverfahren wurde von 4 verschiedenen Chemikern an denselben Mehlen ausgeführt, um die Streuung der Resultate kennenzulernen.

Es ist mir eine angenehme Pflicht, der Eidg. Getreideverwaltung und Herrn H. Wehrli, Mühle, Tiefenbrunnen, Zürich, für die Mehlproben bestens zu danken, welche sie mir für die vorliegenden Untersuchungen zur Verfügung gestellt haben.

Résumé

1^o L'indice le plus sensible pour la détermination du degré de finesse des farines blanches est la réaction de la lignine avec la phloroglucine et l'acide chlorhydrique, après traitement de la farine avec de l'acide acétique glacial et de l'acide chlorhydrique. Il y a toutefois quelques difficultés à en exprimer numériquement les résultats.

2^o La «cellulose du son» mise en liberté par ce traitement peut être séparée et dosée. Mais elle est toujours souillée par la cellulose des parties centrales du grain de blé. On peut calculer à partir de la cellulose du son la teneur en son des farines noires.

3^o A part la cellulose du son, la cellulose selon *Bellucci*, les cendres, l'acide phosphorique, l'alcalinité des cendres sont également des données précieuses pour apprécier le degré de mouture. La cellulose convient mieux que les autres composants cités, car elle présente de plus grandes différences entre une farine blanche et une farine noire.

4^o L'examen de blé a mené à un remaniement de la méthode de dosage de l'amidon de l'auteur et à l'élaboration de méthodes de détermination des pentosanes, de la gomme (gomme de seigle) et du trifructosane.

5^o La détermination des cendres fut exécutée selon trois procédés. La méthode à l'acétate de magnésium fut faite par quatre chimistes différents avec la même farine pour se rendre compte de l'écart entre les résultats.

Literatur

- 1) Vergl. *H. Wuhrmann*, diese Mitt. **34**, 338 (1943).
- 2) *Th. von Fellenberg*, diese Mitt. **35**, 345 (1944).
- 3) Siehe Schweiz. Lebensmittelbuch S. 116.
- 4) *Th. von Fellenberg*, diese Mitt. **7**, 81 (1916).
- 5) *Th. von Fellenberg*, diese Mitt. **21**, 376 (1930).
- 6) *C. Dusserre* und *P. Chavan*, diese Mitt. **4**, 261 (1913).
- 7) *H. Wuhrmann* und *O. Högl*, diese Mitt. **35**, 273 (1944).
- 8) *A. Torricelli*, diese Mitt. **32**, 217 (1941).
- 9) *Th. von Fellenberg*, diese Mitt. **35**, 185 (1944).
- 10) Diese Mitt. **35**, 185 (1944).
- 11) *Th. von Fellenberg*, diese Mitt. **25**, 257 (1934).
- 12) *J. Tillmans*, Z.U.L. **56**, 191 (1929); *Th. von Fellenberg*, diese Mitt. **25**, 260 (1934).
- 13) *Th. von Fellenberg*, diese Mitt. **25**, 260 (1934).

Beitrag zum Artikel „Hinweis auf eine bakteriologisch-hydrologische Arbeitsmethode, von L. Mazurczak, Bern“

Von *J. Thomann*, Bern

In der letzten Nummer dieser «Mitteilungen» wird unter obigem Titel an einem Beispiel die Verwendung von *bact. prodigiosum* beschrieben zum Nachweis des Zusammenhangs von Sickerwasser mit den Quellen einer Trinkwasserversorgung. Es wird dann auch ganz richtig darauf hingewiesen, dass die Methode der künstlichen Infektion durch leicht nachweisbare Mikroorganismen in der Literatur weniger bekannt ist als z. B. die zum gleichen Zweck allgemein übliche Färbung und Salzung von Wasserläufen. Die vom Verfasser erwähnten Angaben von *K. Keilhack* waren mir nicht bekannt. Ausser diesen finden wir aber im *Lehrbuch der Bakteriologie von L. Heim* (6. und 7. Auflage 1922) im Kapitel Wasserbakteriologie folgende Bemerkung: «Kulturen von *bact. prodigiosum* hat man an Stelle von Farbstoffen, wie Fluoreszein, einem Wasser in der Absicht zugesetzt, um zu ermitteln, ob unterirdische Zuflüsse bestehen, oder um die Durchlässigkeit eines Bodens zu prüfen.» Ferner möchte ich auf eine von mir stammende, vor ungefähr 40 Jahren in der «Schweiz. Wochenschrift für Chemie