

Diskussion der Untersuchungsmethoden

Autor(en): **Wyler, Otto**

Objektyp: **Article**

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

Band (Jahr): **41 (1950)**

Heft 1-2

PDF erstellt am: **05.07.2024**

Persistenter Link: <https://doi.org/10.5169/seals-983738>

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.

Diskussion der Untersuchungsmethoden

von Otto Wyler

(Aus dem Laboratorium des Eidg. Gesundheitsamtes, Bern)

1. Fehlerrechnung

Die soeben erwähnten Parallelanalysen wurden zu einer Angabe der Genauigkeit der Methoden ausgewertet, wobei folgende Formeln¹⁾ Anwendung fanden:

a) Berechnung der Streuung bei gleichen Analysenmaterialien («Analysenstreuung»)

$$S = \sqrt{\frac{1}{N-1} \cdot \sum (x_i - \bar{x}_i)^2}$$

wobei S = Streuung, bzw. Standardabweichung

N = Anzahl der Einzelwerte

s = Summe von ()

x_i = Einzelwert

\bar{x}_i = arithmetisches Mittel der Einzelwerte

b) Berechnung der Methodenstreuung aus der Analysenstreuung

$$\bar{S} = \sqrt{\frac{S \cdot [s^2 \cdot (N-1)]}{S \cdot (N-1)}}$$

wobei \bar{S} = Methodenstreuung

N = Anzahl der Einzelwerte bei den einzelnen Materialien

S, s, N siehe oben

Es ist dabei festzuhalten, dass die Analysen in allen Laboratorien von geübten Chemikern ausgeführt wurden, denen jedoch die Methoden noch nicht oder noch wenig vertraut waren. Bei einer langdauernden Serienarbeit werden sich sicherlich geringere Abweichungen ergeben. Uns scheint es aber wichtig zu sein, anzugeben, welche Differenzen sich ergeben, wenn eine Einzelanalyse von einem wenn auch erfahrenen, aber nicht auf die betreffende Methode spezialisierten Chemiker ausgeführt wird.

2. Die Bestimmung der Trockensubstanz

Die Kommission war sich zunächst nicht im klaren, ob sie eine Methode aufnehmen sollte, welche den heute geltenden Handelsusancen entspricht, aber vom theoretischen Standpunkt aus sicherlich unrichtige Resultate liefert, oder eine solche, welche auf einer sicheren analytischen Basis beruht. Bei der ersten Methode handelt es sich um die Bestimmung der Trockensubstanz auf Grund des

spezifischen Gewichtes eines stark verdünnten Malzextraktes. Da diese Methode die Berechnungstabelle von *Plato*, basierend auf Rohrzuckerlösungen, zur Gehaltsermittlung benützt, ist es nicht möglich, richtige Werte zu erhalten. Wenn auch eine reine Maltoselösung sich ähnlich wie eine Saccharoselösung verhält, ergeben sich für Malzextrakte zufolge ihres relativ hohen Gehaltes an Asche- und übrigen Nichtzuckerstoffen deutlich zu hohe Werte. In Anbetracht ihrer Einfachheit und raschen Ausführbarkeit aber, und in Anlehnung an die internationalen Handelsusancen entschloss man sich dennoch, diese Bestimmungsmethode als offizielle in die Untersuchungsvorschrift aufzunehmen, daneben aber eine Methode zu publizieren, welche dem wahren Wert der Trockensubstanz sehr nahe kommt. Es wurde auch, von den gleichen Erwägungen ausgehend, auf die Korrektur auf Grund des Aschegehaltes, wie sie *v. Fellenberg* ²⁾ vorschlägt, verzichtet, nachdem unter anderem Untersuchungen des Referenten gezeigt hatten, dass diese Korrekturen nicht voll befriedigten, indem die teilweise unsystematischen Abweichungen vom korrigierten Werte noch andern Faktoren als dem Einfluss des Aschegehaltes zuzuschreiben waren.

Um den «wahren» Wert des Trockensubstanzgehaltes zu ermitteln, hat *v. Fellenberg* ²⁾ auch vorgeschlagen, die Trocknung von Malzextrakt bei 105° so weit zu führen, bis die Abnahme des Gewichtes gleichmässig wird und die Werte, graphisch aufgetragen, auf einer Geraden liegen. Aus der weiteren Abnahme während den darauffolgenden zwei Stunden interpoliert er auf den ursprünglichen «wahren» Gehalt zu Beginn der Trocknung. Der Referent hat sich diese Erfahrungen zunutze gemacht, aber die Methodik etwas vereinfacht, so dass lediglich eine 3 malige Wägung nötig ist und dann aus der Formel

$$\frac{g_2 + \frac{g_1 - g_2}{h - h_1} \cdot h}{g} \cdot 100 = \% \text{ Trockensubstanz}$$

auf die «wahre» Trockensubstanz geschlossen werden kann. Bezüglich Legende zur Formel sei auf die Vorschrift verwiesen.

Auch bei dieser Bestimmungsart waren von Laboratorium zu Laboratorium Schwankungen festzustellen, die eher einer nicht ganz gleichen Erwärmung zuzuschreiben sind, als der immerhin recht spürbaren Wasseraufnahme während des Wägens; diese kann durch Bedecken der Schale auf ein Minimum reduziert werden. In unserem Laboratorium fanden wir bei Einwaagen von 0,5 bis 1,5 g Übereinstimmung der Werte von $\pm 0,1$ %.

Wir konnten die Angaben *v. Fellenbergs* bestätigen, wonach nach Ablauf von höchstens 6 Stunden die Gewichtsabnahme unter den Bedingungen, welche in der Vorschrift angegeben sind, beim Trocknen gleichmässig wird. Um die kleineren Unregelmässigkeiten beim Erhitzen möglichst auszugleichen, dehnen wir aber die Nacherhitzung im Gegensatz zum genannten Autor noch auf weitere 4—6 Stunden aus.

An Hand eines Beispiels sei hier dargelegt, wie sich die Bestimmung der Trockensubstanz unter verschiedenen Einwaagen und nach den 2 Methoden präsentiert:

Trocken-Malzextrakt Nr. 3

Bestimmung pyknometrisch

Spezifisches Gewicht der Lösungen	1,0387	1,0388
Trockensubstanz nach <i>Plato</i>	100,2 ‰	100,5 ‰

Nach der Trockenmethode

	I	II
Einwaage	1,2297 g	2,4573 g
Gewicht nach 6 Stunden	1,1635 g	2,3416 g
Gewicht nach 11½ Stunden	1,1547 g	2,3106 g
«wahre» Trockensubstanz (ber.)	95,6 ‰	96,1 ‰

Die Beispiele zeigen, wie bereits erwähnt, dass die pyknometrische Methode unter Umständen Werte über 100 ‰ geben kann. Ferner ist deutlich der Einfluss der zu grossen Einwaage bei der Trocknungsmethode im Beispiel II festzustellen, die mit mehr als 1,5 g bei den festgelegten Trocknungszeiten zu gross ist.

3. und 4. Die Bestimmung der Rohmaltose und der Saccharose

Diese konventionelle Methode wurde im Prinzip aus dem Schweiz. Lebensmittelbuch, 4. Auflage, übernommen. Sie weicht ab von der in der Malz-Industrie üblichen Methode, bei welcher nach Fällung des Kupferoxyduls und Auflösung desselben durch Ferrisulfat mit Kaliumpermanganat titriert wird.

Im Gegensatz zum Lebensmittelbuch IV haben wir vorgeschlagen, den Bleiessig zur Entfernung der Nichtzuckerstoffe durch *Carrez*-Lösung zu ersetzen, indem dadurch bedeutend klarere Filtrate erhalten werden, ohne dass merkliche Mengen an Kohlehydraten adsorbiert würden. Bei Verwendung von Glasfiltergeräten für Abtrennung des Kupferoxyduls ist der Umstand zu berücksichtigen, dass diese unter dem Einfluss von starken Alkalien (*Fehling* II) an Gewicht verlieren, auf welche Fehlerquelle schon *Balavoine*³⁾ aufmerksam machte; er empfiehlt nachträgliche Tarierung, nachdem das Cu₂O mit verdünnter Salpetersäure entfernt worden ist.

In Analogie zu den übrigen Zuckerarten hat die Lebensmittelbuch-Kommission beschlossen, auch für die Maltose das *wasserfreie* Kohlehydrat als Berechnungsgrundlage anzunehmen. Die Tabellen der 4. Auflage des Lebensmittelbuches für Maltosehydrat wurden daher vom Referenten auf wasserfreie Maltose umgerechnet und sind dem Nachtrag beigegeben. Die Tabelle nach *Wein*,

wie sie in die 3. Auflage des Schweiz. Lebensmittelbuches aufgenommen wurde, gibt Maltose ebenfalls als wasserfreies Kohlehydrat an. Wie aber Zäch⁴⁾ feststellte, stimmt sie infolge andersartiger Versuchsbedingungen nicht mit unseren Werten überein; die nun vorgenommene Umrechnung merzt diese Abweichungen aus.

Bei den Bestimmungen der Rohmaltose haben sich unter den bereits genannten Paralleluntersuchungen die grössten Differenzen gezeigt; es wurde eine Streuung von $\pm 1,3\%$ berechnet. Wenn wir am Schlusse der Vorschrift nur eine Genauigkeit von $\pm 1\%$ angeben, so geschah es aus dem Grunde, weil die Prozentangaben ohne Dezimale erfolgen. Diese beträchtlichen Schwankungen haben wir schon mehrfach bei Substanzen mit relativ hohem Zuckergehalt beobachtet. Wir schreiben die grossen Abweichungen in erster Linie dem Umstande zu, dass in grosser Verdünnung gearbeitet wird und bei der Umrechnung auf Ausgangsmaterial ein relativ kleiner Bestimmungsfehler mit einem grossen Faktor multipliziert wird. Weitere Fehlerquellen können in der voneinander abweichenden Behandlung des Cu_2O -Niederschlages liegen, in der verschiedenartigen Abwägung der Glasfilter u. a. Wir werden nicht verfehlen, dieser Tatsache auch in Zukunft unsere volle Aufmerksamkeit zu schenken.

Die Vorschriften zur Bestimmung des scheinbaren *Saccharosegehaltes* wurden der Anleitung für die Rohmaltosebestimmung angepasst; dabei wurden, entsprechend einer prinzipiellen Forderung, gleiche Bedingungen für beide Bestimmungsarten geschaffen. Die ursprüngliche Inversionsvorschrift (Zollvorschrift)⁵⁾ ist die im Malzhandel gebräuchliche und arbeitet mit starker Säurekonzentration bei relativ niedriger Temperatur, wobei ausser Saccharose wenig andere Polysaccharide in Monosaccharide aufgespalten werden sollten; vollständig kann diese unerwünschte Aufspaltung aber nicht ausgeschlossen werden. Aus diesem Grunde hat diese Methode nur konventionellen Charakter, und die Methodenstreuung ist ebenfalls aus naheliegenden Gründen relativ hoch.

5. Prüfung auf Invertzucker (Fruktose)

Malzextrakt enthält gewisse Mengen vorgebildeter Saccharose, Invertzucker und Fruktose. Auch die Maltose täuscht nach der Inversion Fruktose vor. Im allgemeinen wird aber der Wert nicht mehr als 10% der Trockensubstanz als Saccharose ausgedrückt betragen. Liegt er höher, so besteht Verdacht, dass eine Beimengung anderer Zuckerarten erfolgt ist. Aus vielen Zuckerarten entsteht beim Erhitzen mit Säure Oxymethylfurfurol in Mengen, die der jeweiligen Fruktosekomponente ungefähr proportional sind, und zwar wird Saccharose rascher in ihre Komponenten zerlegt als die andern Zuckerarten.

Die vorliegende Methode kann als Variante derjenigen von Fiehe⁶⁾ zur Bestimmung der Saccharose in Bier, Malzextrakt usw. angesehen werden. Während Fiehe aber die von ihm ursprünglich für Honig vorgeschlagene Phloroglucidfällungsmethode⁷⁾ benützt, wählten wir die rascher auszuführende Farb-

reaktion mit Resorcin-Salzsäure nach *Th. Seliwanoff*⁸⁾, welche von *Fiehe* für den Oxymethylfurfurolnachweis in Kunsthonig⁹⁾ benützt wurde. Dabei fanden wir, dass es vorteilhafter ist, wenn in stark verdünnter Lösung und durch Erhitzen im siedenden Wasserbad, statt über direkter Flamme gearbeitet wird.

Da die Methode als Grenzwertmethode ausgearbeitet ist, orientiert ein Vergleich mit einer entsprechend verdünnten und behandelten Saccharoselösung darüber, ob der Wert von 10 % nicht überschritten wurde, wobei neben der Saccharose auch die bisweilen bis zu 5 % vorkommende freie Fruktose erfasst wird.

6. Die Bestimmung der diastatischen Kraft

Die Menge der gebildeten Maltose ist der diastatischen Kraft proportional, wie schon *Kjeldahl* durch seine klassischen Untersuchungen über die zuckererzeugenden Fermente nachweisen konnte, unter der Voraussetzung, dass man vom gleichen Gewicht an Stärke ausgeht und sonst unter genau gleichen Bedingungen (Temperatur, Zeit) arbeitet. Je nach der Arbeitsmethode und Berechnungsart erhält man *Lintner-Einheiten*¹⁰⁾, *Windisch-Kolbach-Einheiten*¹¹⁾, *Pollak-Einheiten*¹²⁾, *Ducháček-Einheiten*¹²⁾, LMB-Einheiten oder -Grade, die immer angeben, wieviel Maltose unter den gegebenen Versuchsbedingungen aus Stärke, mit oder ohne Berücksichtigung der vorgebildeten Maltose und anderer Faktoren entstanden ist.

Die diastatische Kraft nach Schweiz. Lebensmittelbuch (LMB) gibt uns an, wieviel Gramm Maltose unter den dort festgelegten Bedingungen durch 100 g Malzextrakt gebildet wurden. Ähnlich lautet die Definition für die Methoden nach *Lintner-Wirth* und *Windisch-Kolbach*.

In der Brauereipraxis wird die Bestimmung der diastatischen Kraft (nach *Lintner-Wirth*) etwas anders ausgeführt, als wir für das Kapitel Malzextrakt vorgesehen haben, indem nämlich nach der Originalvorschrift der beiden Autoren derjenige Punkt gesucht wird, wo bei wechselnden Mengen *Fehling*-scher Lösung im Reagensglas durch Zusatz gleichbleibender Mengen Malzextrakt vollständige Entfärbung beim Erhitzen auftritt. Zur Berechnung dienen dann die Tabellen von *E. Wein* zur quantitativen Bestimmung der Zuckerarten.

Windisch, Dietrich und *Kolbach* haben dann die Pufferung der Lösung eingeführt, da sie feststellten, dass die diastatische Kraft abhängig ist vom pH der Lösung. Auch ziehen sie richtigerweise die Werte für die vorgebildete Maltose, sowie weitere Blindwerte (Eiweisskorrektur) vom schliesslich im Hauptversuch erhaltenen Maltosewert ab. Die Bestimmung geschieht jodometrisch nach *Bertrand-Willstätter-Schudel*.

Die Lebensmittelbuch-Kommission hat nun eine Konventionsmethode geschaffen, welche die Vorteile aus den genannten Methoden berücksichtigt, aber die jodometrische Methode, gegen welche seitens von Fachleuten Einwände erhoben wurden, umgeht. Bei der jodometrischen Bestimmung konnte nämlich

in Anwendung auf Malzextrakte kein exakter Endpunkt in der Titration festgestellt werden; der Referent hat die gleiche Feststellung auch bei andern unreinen zuckerhaltigen Säften machen können. Die gravimetrische Methode hingegen hat sich recht gut bewährt, und durch die Ausführung einer Blindprobe werden etwaige Fehler (hervorgerufen durch ungelöste Stärketeile, Eiweißstoffe usw.) weitgehend ausgeschaltet. Wichtig ist auch, dass eine lösliche Stärke von fester, gleichbleibender Qualität verwendet wird. Nicht alle Stärkesorten werden von der Diastase in gleicher Weise angegriffen. Einer Spezialfirma der Stärkebranche (Blattmann & Co., Wädenswil), mit welcher wir diesbezüglich zusammenarbeiteten, ist es denn auch gelungen, eine stets gleichbleibende Qualität von löslicher Stärke herzustellen, welche den genannten Anforderungen genügt. Sie ist unter der Handelsbezeichnung «NOREDUX-Standard» bei der Firma AG., vorm. B. Siegfried in Zofingen erhältlich.

Durch ein Spezialverfahren ist es der Herstellerin ausserdem gelungen, diese gleichmässig abgebaute Stärke auch zur Verwendung für die jodometrische Titration geeignet zu machen, indem der störende Violett-Ton bei der Jodstärke-reaktion, welcher von zu stark abgebauter Stärke (Dextrin) herrührt, ausgemerzt werden konnte.

Bei der Ausführung der Blindversuche ging die Kommission von dem Prinzip aus, dass diese in Zukunft ganz allgemein unter den genau gleichen Bedingungen und mit den gleichen Reagenzien auszuführen sind wie die Hauptversuche. Aus diesen Gründen wurde die Vorschrift von *Windisch-Kolbach* etwas abgeändert. — Diesem Grundsatz wird auch bei der Neuausgabe des Schweiz. Lebensmittelbuchs in vermehrtem Masse Beachtung geschenkt werden müssen.

Weil wir nicht nach der Originalvorschrift der oben genannten Autoren arbeiten, wurde, um jede Unklarheit oder Verwechslung auszuschalten, die LMB-(Lebensmittelbuch)-Einheit eingeführt; sie weicht aber nicht oder nur ganz unwesentlich von derjenigen nach *Lintner-Wirth* oder *Windisch-Kolbach* ab. Die Berechnung ergibt sich aus der Vorschrift:

Zur Analyse werden verwendet	0,5 g Malzextrakt
$\frac{1}{8}$ davon gelangen zur Bestimmung	0,0625 g »

Wird nun die diastatische Kraft auf 100 g Malzextrakt bezogen, so muss der erhaltene Maltosewert in Gramm aus 0,0625 g Extrakt mit dem Faktor 1600 multipliziert werden, oder die Maltosemenge, in Milligramm ausgedrückt, mit dem Faktor 1,6.

Es ist aber bei der Berechnung zu beachten, dass *nicht* die im Blindversuch erhaltene Menge *Kupferoxydul* von derjenigen im Hauptversuch abgezogen werden darf, sondern die entsprechenden Werte, ausgedrückt in wasserfreier *Maltose*, da die Zuckerwerte nicht proportional der Kupferoxydulmenge verlaufen.

7. Bestimmung der stickstoffhaltigen Bestandteile

Dieses Kapitel gab Anlass zu mehrfachen Abänderungen und zu einer Serie von systematischen Untersuchungen innerhalb unseres Laboratoriums, galt es doch hier eine Methode anzuwenden, welche auch im allgemeinen Teil der z.Zt. bearbeiteten Neuausgabe des Schweiz. Lebensmittelbuches Aufnahme finden soll. In den Beratungen der schweiz. Lebensmittelbuch-Kommission kristallisierten sich die folgenden Hauptforderungen heraus:

1. Es ist so viel Substanz zu verwenden, dass ein guter Mittelwert resultiert.
2. Zur Bestimmung soll die Verbrennungsmethode nach *Kjeldahl* verwendet werden.
3. Es soll von Anfang an genügend konz. Schwefelsäure zur Zerstörung der Substanz zur Verfügung stehen, um jegliche Substanzverluste (Ausgangsmaterial, Ammonsulfat) zu vermeiden.
4. Als Katalysator wird ein Selen-Kupferkatalysator verwendet, mit welchem sehr gute Erfahrungen gemacht wurden¹³⁾. Vom Gebrauch von Quecksilber und dessen Verbindungen als Katalysatoren soll abgesehen werden, trotz der guten katalytischen Eigenschaften, weil sich andere Inkonvenienzen zeigten, wie die Ausfällung des Quecksilbers und die Gefahr von Störungen durch eventuell auftretenden Schwefelwasserstoff.
5. Der Verbrennungskolben soll genügend gross sein.
6. Nach dem Aufhellen des Analysengutes soll noch weitere 30 Minuten erhitzt werden. Verschiedene Forscher¹⁴⁾ haben gefunden, dass erst nach dieser Zeit mit einer vollständigen Überführung allen stickstoffhaltigen Materials in Ammonsulfat gerechnet werden kann.
7. Die Destillation soll nicht aus dem *Kjeldahl*kolben direkt erfolgen. Sie hat im geschlossenen System zu geschehen, wobei die Alkalisierung ebenfalls im geschlossenen System erfolgt. Die Destillation erfolgt unter Wasserkühlung entweder durch direktes Destillieren des stark verdünnten Reaktionsgemisches oder durch Wasserdampfdestillation, wobei mit etwas konzentrierteren Lösungen gearbeitet werden kann. Empfehlenswert ist der Destillationsapparat nach *Parnas-Wagner*¹⁵⁾, der sich durch die Einfachheit der Bedienung und die Möglichkeit, ganze Serien in ausserordentlich kurzer Zeit zu destillieren, auszeichnet. Er wird nunmehr in verbesserter Ausführung auch in der Schweiz hergestellt.
8. Die übrigen Bedingungen gehen aus der Arbeitsvorschrift hervor.

Aus den Versuchen, welche in unserem Laboratorium durchgeführt wurden, ging deutlich hervor, dass Verluste an Stickstoff eintreten können, wenn zu wenig Schwefelsäure verwendet und wenn bei der Destillation ohne Kühlung gearbeitet wird. Wir sind der Ansicht, dass sich diese frühere Arbeitsweise eher für Halbmikrobestimmungen eignen würde, da dort in der Regel nur kleine Schwefelsäuremengen und geringe Mengen Destillates benötigt werden.

8. Bestimmung der titrierbaren Säure

Bei der Vergärung von Malzextrakten tritt neben andern Säuren vorwiegend Milchsäure auf; aus diesem Grund wird die titrierbare Säure als Milchsäure berechnet. Es wäre eigentlich überflüssig zu erwähnen, dass eine Titration unmittelbar an die Lösung des Malzextraktes anzuschliessen ist, da verdünnte Malzextraktlösungen leicht in Gärung geraten.

Im Brauereigewerbe wird heute noch die Stufentitration nach *Lüers*¹⁹⁾ verwendet, wobei mit einer Pufferlösung vom pH 7,0 verglichen wird, und Neutralrot als Indikator Anwendung findet.

9. Bestimmung des Aschegehaltes

Auch hier lag die Situation ähnlich wie bei der Bestimmung stickstoffhaltiger Substanzen, indem die Vorschrift für dieses Kapitel derjenigen der Neuauflage des Schweiz. Lebensmittelbuches weitgehend angepasst werden musste. Dabei wichen wir bewusst von der ursprünglichen handelsüblichen Methode ab, welche ohne Zusatz jeglichen Katalysators arbeitete und demgemäss auch schwer reproduzierbare Werte lieferte.

Schon *v. Fellenberg*¹⁸⁾ und *Grossfeld*¹⁶⁾ haben festgestellt, dass der Zusatz von alkalisch wirkenden Stoffen, wie NaOH, Magnesiumacetat, Calciumacetat u.a., eine Auflockerung der Asche und dadurch ein rascheres Verbrennen bewirken. Ausserdem werden die leicht schmelzbaren Kaliumphosphate in die schwerer schmelzbaren Magnesium- bzw. Calciumsalze übergeführt, was bei der Veraschung den besseren Luftzutritt im Innern der Teilchen ermöglicht. *Walters*¹⁷⁾ hat dann an Stelle des Magnesiumsalzes Lanthanverbindungen empfohlen, mit welchen noch bedeutend bessere Resultate erzielt werden konnten. Von *v. Fellenberg*¹⁸⁾ wurden in der Folge zwei Arbeitsvorschriften ausgearbeitet, speziell für die Bestimmung der Asche in Mehlen. Diese Methoden haben sich bewährt und finden ihren Niederschlag im allgemeinen Teil der Neuausgabe des Schweiz. Lebensmittelbuches, sowie in der hier vorliegenden Arbeitsvorschrift für Malzextrakte, bei denen es sich bekanntlich auch um ein phosphatreiches Produkt handelt.

Im allgemeinen wird man mit der einfachen Veraschung, ohne ein nochmaliges Ausziehen mit dest. Wasser, auskommen. Es ist aber wesentlich, dass nicht mit zu starker Flamme verascht wird, da dadurch, selbst bei den genannten Zusätzen, Teile der Asche sintern und damit wesentliche Kohlepartikeln einschliessen und der Verbrennung entziehen würden. Auch ist jede Asche bei relativ hohen Temperaturen immer etwas flüchtig, wodurch die Resultate gefälscht würden. Die Asche soll verglimmen. Wenn nach *v. Fellenberg* (l. c.) die Werte bei diesem Verfahren etwas niedriger ausfallen als ohne Zusätze, so dürfte dies unseres Erachtens eher der vollständigeren Verbrennung zuzuschreiben sein, als dem kaum wesentlich in Betracht fallenden Umstand, dass ein

kleiner Fehler dadurch entsteht, dass die Blindwerte für Lanthan- und Magnesiumaschen als Oxyd abgezogen werden, obschon ein Teil in an Säure gebundener Form vorliegt. Aus den Arbeiten *v. Fellenbergs* (l. c.), auf die hier lediglich hingewiesen sei, geht aber hervor, dass die übernommene Methode nicht als Absolutmethode, sondern ebenfalls als Konventionmethode zu bewerten ist.

Beurteilung der Malzextrakte

Es bleibt hier noch übrig, darauf hinzuweisen, dass die Beurteilungsgrundsätze von der schweiz. Lebensmittelbuch-Kommission auf Grund weitgehender Erhebungen in Zusammenarbeit mit einer Anzahl einschlägiger Firmen und durch eigene Nachforschungen in der diesbezüglichen Literatur aufgestellt wurden.

Literatur

- 1) A.S.T.M., Manual on presentation of Data, American Society for Testing Materials. 2605 Broad Street, Philadelphia PA (1940).
- 2) Diese Mitt. **35**, 79 (1944); **38**, 43 (1947).
- 3) *Balavoine*, Mitt. **25**, 323 (1934).
- 4) *Zäch*, Mitt. **26**, 192 (1935).
- 5) Gesetze und Verordnungen (Beilage zu Z.U.N.G.) **16**, 49 (1924).
Ztschr. f. anal. Chemie **42**, Amtliche Verordnungen und Erlasse S. 30 (1903).
- 6) Z.U.L. **62**, 381 (1931).
- 7) Z.U.L. **58**, 69 (1929).
- 8) Ber. **20**, 181 (1887).
- 9) Z.U.N.G. **15**, 492 (1908).
- 10) J. f. prakt. Ch. **34**, 378 (1886).
Ztschr. ges. Brauwesen **31**, 424 (1908).
- 11) Wochenschr. f. Brauerei **38**, 149 (1921); **42**, 140 (1925).
- 12) Siehe *Pawlowski-Doemens*: Die brautechnischen Untersuchungsmethoden, 6. Auflage, p. 170 ff.
- 13) Vgl. auch *Wieninger*: Wochenschr. f. Brauerei: **46**, 406 (1929; **50**, 124 (1933):
Nr. 32 (1936); *Milbauer*: Ztschr. analyt. Chem. **111**, 397 (1938).
- 14) Siehe *Reith* und *Wansink*, Chemisch Weekblad **43**, 803 (1947).
- 15) Siehe *Parnas*: Ztschr. f. analyt. Chem. **114**, 261 (1938) mit Abänderungen von
Brunisholz-Lauber (Winterversammlung Schweiz. Chem. Gesellschaft vom 27.
2. 1949), erscheint demnächst in Helv. Chim. Acta.
- 16) *Grossfeld*, Chemiker Zeitg. **44**, 285 (1920).
- 17) *Walters*, Cereal Chemistry **7**, 83 (1930).
- 18) Mitt. **21**, 382 (1930); **37**, 167 (1946); **7**, 84 (1916).
Siehe auch Schweiz. Lebensmittelbuch 4. Auflage, S. 117.
- 19) *H. Lüers*, Biochem. Ztschr. **104**, 38 (1920); Ztschr. f. d. ges. Brauwesen. **43**, 348
(1920).