Zeitschrift: Mitteilungen aus dem Gebiete der Lebensmitteluntersuchung und

Hygiene = Travaux de chimie alimentaire et d'hygiène

Herausgeber: Bundesamt für Gesundheit

Band: 19 (1928)

Heft: 1

Artikel: Die Wasserbestimmung in Sauermilchpulver

Autor: Fellenberg, Th. von / Honegger, Paula

DOI: https://doi.org/10.5169/seals-984266

Nutzungsbedingungen

Die ETH-Bibliothek ist die Anbieterin der digitalisierten Zeitschriften auf E-Periodica. 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. Das Veröffentlichen von Bildern in Print- und Online-Publikationen sowie auf Social Media-Kanälen oder Webseiten ist nur mit vorheriger Genehmigung der Rechteinhaber erlaubt. Mehr erfahren

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. La reproduction d'images dans des publications imprimées ou en ligne ainsi que sur des canaux de médias sociaux ou des sites web n'est autorisée qu'avec l'accord préalable des détenteurs des droits. En savoir plus

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. Publishing images in print and online publications, as well as on social media channels or websites, is only permitted with the prior consent of the rights holders. Find out more

Download PDF: 12.12.2025

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

telt man den Rückstand mit 2 cm³ Wasser auf und kocht dieses zur Hauptsache weg, um die Jodstärke in Stärke umzuwandeln und um den Alkohol zu vertreiben. Zur Sicherheit fügt man nochmals 1 cm³ Wasser zu und kocht nochmals ab. Es darf keine Spur Alkohol zurückbleiben, da dieser ebenfalls Chromsäure verbrauchen würde.

Die konzentrierte Stärkelösung, die man so erhält, ist nun bereit zur Chromsäureverbrennung. Man setzt 10 cm³ 0,15-n Kaliumbichromatlösung hinzu und giesst 20 cm³ konzentrierte Schwefelsäure hinein. Sollte die Lösung einen rein grünen Ton annehmen, so fügt man sofort noch 1—2 cm³ Bichromatlösung und etwas Schwefelsäure hinzu. Nach 15 Minuten ist die Verbrennung beendigt und man kann zur Rücktitration schreiten. Man giesst die Lösung in einen 400 cm³ Stehkolben, spühlt mehrmals mit Brunnenwasser nach und verdünnt weiter auf ca. 350 cm³. Nach kurzer Zeit, wenn keine Luftblasen mehr sichtbar sind, fügt man ca. 0,1 g Kaliumjodid hinzu und titriert das ausgeschiedene Jod mit ½ Natriumthiosulfatlösung zurück. Ein Blindversuch zeigt, ob und wie viel Bichromat bereits durch die Schwefelsäure verbraucht wird. Der Betrag wird in Rechnung gezogen.

Die Verbrennung geschieht nach der Gleichung:

$$C_6H_{10}O_5 + 6 O_2 = 6 CO_2 + 5 H_2O;$$

somit entsprechen 24 Liter n- $K_4Cr_2O_7=162$ g Stärke oder 1 cm³ n = 6,75 mg Stärke.

Kontrollversuche mit Weizenstärke ergaben einen nahezu quantitativen Verlauf der Reaktion. Man fand 98—99% wieder.

Beispiel. 0,25 g Kindermehl Nestlé in CaCl₂ gelöst und auf 100 cm³ gebracht. Davon 20 cm³ = 0,05 g mit Jod gefällt.

Verwendete Bichromatmenge: 10 cm³ 0,15 n = 15,00 cm³ $\frac{n}{10}$

Zurücktitrierte cm $^{3\frac{n}{10}}$ - Na2S2O3-Lösung . . = 4,52

Verbrauchte cm³ $\frac{n}{10}$ K4Cr2O7. $10{,}48 \times 0{,}675 = 7{,}09$ mg

Stärke in 0,05 g Kindermehl. Somit sind vorhanden 14,18 % Stärke.

Die Wasserbestimmung in Sauermilchpulver.

Von Dr. TH. von FELLENBERG und Dr. PAULA HONEGGER. (Aus dem Zentrallaboratorium der Nestlé & Anglo Swiss Condensed Milk Co., Vevey.)

Die Wasserbestimmung in Produkten, welche ausser Wasser noch andere flüchtige Stoffe enthalten, ist bekanntlich mit gewissen Schwierigkeiten verbunden. Der Gewichtsverlust beim Erhitzen im Trockenschrank fällt hier höher aus, als dem Wassergehalt entspricht. In gewissen Fällen lassen sich diese Schwierigkeiten durch die direkte Wasserbestimmung durch Destillation mit einer geeigneten, mit Wasser nicht mischbaren Flüssigkeit, wie etwa Toluol oder Xylol beheben. Diese Wasserbestimmung, die von *Mai* und *Rheinberger* 1) stammt, ist z. B. im Schweizerischen Lebensmittelbuch für die Gewürze vorgeschrieben, welche beim Trocknen ausser Wasser noch ätherische Oele verlieren. Bei der Destillationsmethode bleiben die ätherischen Oele im Xylol bezw. Terpentinöl gelöst und die Wasserbestimmung fällt richtig aus.

Schwierigere Verhältnisse liegen bei den Sauermilchprodukten vor, mit denen wir uns hier zu beschäftigen haben. Im Trockenschrank nahm unser Produkt fortdauernd an Gewicht ab. Nach sechstägigem Trocknen bei 103° wurde noch keine Gewichtskonstanz erreicht, wie folgende Zahlen zeigen: 1,2620 g ergaben nach

		1 Tag	2 Tagen	3 Tagen	4 Tagen	5 Tagen	6 Tagen
Gewicht .	٠.	· 1,2252 g	1,2022 g	1,1932 g	1,1882 g	1,1852 g	1,1752 g
% Wasser		2,91	4,74	5,45	5,85	6,09	6,88

Die Destillation nach Mai-Rheinberger, wobei wir 200 cm³ Xylol (Sdp. 136°) unter Zugabe von 10 g Sauermilchpulver destillierten, bis 100 cm³ übergegangen waren, ergab bis zum Schluss der Destillation ein trübes Destillat. Die wässrige Schicht betrug nach dem Absetzen 0,63 cm³. Eine zweite Destillation nach nochmaligem Zusatz von 100 cm³ Xylol ergab noch 0,19 cm³, wobei aber das Ende der Wasserbildung immer noch nicht erreicht war.

Dies anormale Verhalten rührt selbstverständlich von der vorhandenen Milchsäure her. Nicht nur ist diese Säure etwas flüchtig und gibt daher Anlass zu den anhaltenden Gewichtsverlusten im Trockenschrank und zu der andauernden Zunahme der wässrigen Schicht bei der Xyloldestillation, sondern, was noch viel mehr ins Gewicht fällt, die Milchsäure zersetzt sich in der Hitze unter Bildung von Lacton und Wasser. Ausser dem ursprünglich im Präparat vorhandenen Wasser bildet sich bei der Bestimmung nach der einen und andern Methode eine beträchtliche weitere Menge Wasser.

Folgende Ueberlegung schien uns eine Möglichkeit zu bieten, das ursprünglich vorhandene Wasser zu bestimmen.

Nach Mai-Rheinberger destilliert erstens das ganze ursprünglich vorhandene Wasser über — das wissen wir aus Analogie mit andern, nicht sauern Milchprodukten — ferner zersetzt sich eine gewisse Menge Milchsäure und gibt ihr Wasser ab, drittens destilliert eine kleine Menge Milchsäure und eine Spur Lakton über und beides wird ebenfalls mit der wässrigen Schicht abgeschieden.

Die übergangene Milchsäure und das überdestillierte Lakton könnenn wir in der wässrigen Schicht des Destillates durch Titration und

¹⁾ Z. U. N. G., 24, 125, 1912.

durch nachfolgende 15 Minuten lange Verseifung mit etwas überschüssiger Lauge leicht bestimmen. Rechnen wir beides in cm³ um (V') und subtrahieren den Betrag von dem Betrag des wässrigen Destillates (V), so erhalten wir das Wasser und zwar das vorgebildete samt dem durch Milchsäuresetzung entstandenen.

Das durch Zersetzung entstandene Wasser ergibt sich aus der Abnahme der Milchsäure während der Destillation. Wir subtrahieren von der ursprünglich im Präparat vorhandenen Milchsäure (A), die im Destillationsrückstand verbliebene (B) und die im Destillat gefundene (C). Da jedes Molekül zerfallende Milchsäure einem Molekül Wasser entspricht, so ergibt die Milchsäuredifferenz A — (B + C), multipliziert mit 18/90 die Menge des entstandenen Wassers. Subtrahieren wir dieses von dem Gesamtwasser, V—V', so finden wir das ursprünglich vorhandene Wasser.

Der Wassergehalt des Sauermilchpulvers lässt sich somit nach folgender Formel berechnen:

$$W = (V - V') - 18/90 [A - (B + C)], wobei$$

V = Volumen der wässrigen Schicht des Destillats,

V'=Summe von Milchsäure und Lakton im Destillat, ausgedrückt in cm3,

A = g Milchsäure vor der Destillation,

B=g Milchsäure im Destillationsrückstand,

C=g Milchsäure im Destillat.

Bei der Titration des Destillationsrückstandes wird am besten ein verdünnter wässriger Auszug gemacht und dieser unter Zusatz von ziemlich viel Phenolphtalein titriert, da der Umschlag wegen der braunen Färbung der direkten Titration nicht leicht zu erkennen ist.

Die Bräunung des Rückstandes weist darauf hin, dass ausser der Laktonbildung noch andere Zersetzungen vor sich gegangen sind. Es liess sich denn auch im Destillat mit ammoniakalischer Silbernitratlösung Aldehyd nachweisen, wie aus folgender Tabelle hervorgeht.

Tab. 1. Zusatz von ammoniakalischer Silberlösung; Prüfung nach 15 Min. im Dunkeln.

	Rückstand	Destillat			
	Ruckstanu	Xylolschicht	Wässrige Schicht		
Frisches Xylol	Spuren einer bräunl. Masse	Spuren von Silber	klar		
1—2 mal angewandtes Xylol	{ harzähnliche, braune Masse	deutlicher Silberspiegel	leicht gräuliche Färbung		

Die reduzierenden Stoffe sind also in der Xylolschicht vorhanden. Da bei diesen Zersetzungen mit grosser Wahrscheinlichkeit auch Wasser gebildet wird, welches sich nicht durch einen Rückgang der Säure zu erkennen gibt, so sind unsere Resultate vermutlich um eine Kleinigkeit zu hoch. Wir glauben aber diesen Fehler nicht zu stark einschätzen zu müssen und zwar deshalb, weil ja auch andere Produkte, welche nachgewiesenermassen nach *Mai-Rheinberger* dieselben Werte liefern, wie beim Trocknen im Trockenschrank, sich bei dieser Destillation dunkel färben.

Wir führten eine Reihe von Bestimmungen aus nicht nur in verschiedenen Mustern unseres Sauermilchpulvers, sondern auch in käuflicher Milchsäure, in Milchsäure unter Zusatz von Wasser und in Sauermilchpulver unter Zusatz von Wasser. Zur bessern Charakterisierung der Produkte führen wir hier auch den Laktongehalt der ursprünglichen Präparate (A') an, ohne dass wir diese Zahlen zu unserer Berechnung brauchen. Bei den Bestimmungen in Sauermilchpulver verwendete man je 10 g, bei denen in Milchsäure ca. 1,5 g Material.

Die folgende Tabelle gibt unsere Zahlen wieder:

Tab. 2.

	Käufliche Milchsäure		Milch- säure + 1 cm³ Wasser	Sauermilchpulver						
				Muster I	Muster I + 0,5 cm ³ Wasser	Muster II		Muster III		
g Einwage	1,5524	1,7828	1,4609	10,0	10,0	10,0	10,0	10,0	10,0	
Ursprüngliche Menge:										
g Milchsäure = A	1,130	1,298	1,073	0,640	0,640	0,695	0,695	0,607	0,607	
g Lacton = A'_{\bullet} :	0,229	0,263	//	0,220	,	0,227	0,227	0,200	0,200	
Im Rückstand:				3 50 50						
g Milchsäure = B	0,519	0,694	0,474	0,454	0,463	0,343	0,234	0,296	0,188	
% Milchsäure	45,9	53,5	44,2		72,3	49,4	33,7	48,8	30,9	
Im Destillat:										
g Milchsäure = C	0,228	0,244	0,435	0,100	0,111	0,091	0,091	0,093	0,094	
⁰ / ₀ Milchsäure	20,2	18,8		15,6	17,3	13,1	13,1	15,3	15,5	
${ m cm^3~Milchs\"{a}ure}={ m c}$	0,183	0,197		0,081	0,090	0,074	0,074	0,075	0,076	
g Lacton $= C'$	0,006	0,009		0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	
cm^3 Lacton = c'	0,005	0,007	0,007	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	
Ueberdest. Volumen = V	0,490	0,510	1,540	0,600	1,090	0,535	0,550	0,415	0,420	
c + c' = V' 	0,188	0,204	0,358	0,081	0,090	0,074	0,074	0,075	0,07	
g zersetzte Milchsäure A-(B+C)	0,383	0,360	0,164	0,086	0,066	0,261	0,370	0,218	0,32	
Dasselbe in %	33,9	27,7	15,3	13,4	10,4	37,5	53,2	35,9	53,6	
cm³ Wasser aus der Milchsäure		. 0						1	7.	
stammend; $18/90 [A - (B + C)]$	0,077	0,072	0,033	0,017	0,013	0,052	0,074	0,044	0,06	
Im Produkt vorhandenes Wasser			1,149	1000	0,987				- 7	
			-1,000	1	-0,500					
W = (V - V') - 18/90 [A - (B + C)]	0,225	0,234	1	0,502	0,487	0,409	0,402	0,296	0,27	
Berechneter Wert	0,193	0,222	0,184	1				0	0	
% Wasser im Produkt				5,02	4,87	4,09	4,02	2,96	2,79	
	1						00000	100		

Die Resultate haben zwar nicht den Grad von Genauigkeit, den man bei Wasserbestimmungen im allgemeinen erreicht. Sie können aber in Anbetracht der experimentellen Schwierigkeiten als befriedigend betrachtet werden.

Drahtnetze mit zentralem Asbestbelag.

Von Dr. TH. von FELLENBERG.

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

Asbestdrahtnetze dienen im allgemeinen dazu, die Heizwirkung der Flamme zu verteilen, um Ueberhitzung und Springen der Glasgefässe zu verhüten. Sie sind vor allem da zu empfehlen, wo etwa Mischungen fester und flüssiger Stoffe erhitzt werden oder solche Flüssigkeiten, die an den Glaswänden anbrennen können. Zum Erhitzen oder zur Destillation klarer, hitzebeständiger Flüssigkeiten sind sie nicht nur unnötig, sondern direkt unangebracht, weil ihre Anwendung mit einem vermehrten Aufwand an Zeit und Gas verbunden ist. Dass sie trotzdem auch in diesen Fällen vielfach angewendet werden, hat seinen Grund wohl darin, dass die ungeschützten Drahtnetze gar schnell durchbrennen und einen häufigen Ersatz notwendig machen.

Es ist besonders die mittlere Partie, welche rasch durchbrennt. Ich fragte mich daher, ob es nicht ratsam wäre, gerade nur diese mittlere Partie, welche der direkten Flamme des Bunsenbrenners ausgesetzt ist, durch Asbest zu schützen und im übrigen das Drahtnetz unbelegt zu lassen, um eine gute Verteilung und Ausnützung der Wärme zu erreichen und das Drahtnetz weitgehend zu schonen. Eine ähnliche Wirkung müsste sich auch durch Anheften von Blechscheiben an die Unterseite des Drahtnetzes erzielen lassen. Man verglich solche und andere Kombinationen mit dem unbelegten Drahtnetz in bezug auf die Wärmeausnützung. Es wurden auch grössere Asbestbeläge von verschiedenem Durchmesser hergestellt, sowie auch Drahtnetze, bei welchen auf einen zentralen Asbestbelag eine unbelegte Zone folgt, welche den Verbrennungsgasen wenigstens teilweise den Durchgang erlaubt. Ausserhalb dieser Zone ist das Drahtnetz wieder belegt, um die Wandungen des Kolbens vor Ueberhitzung zu schützen. Die Dimensionen der Drahtnetze waren 14:14 cm. Das Belegen mit Asbest geschieht dadurch, dass man einen dünnen Brei von Asbestkarton — es kann alter, gebrauchter sein — unter Zuhilfenahme entsprechender Schablonen aus Blech oder Karton in das Drahtnetz einstreicht und dieses trocknen lässt.