Die Bestimmung der freien Fettsäuren in Milch und Rahm. Teil II, Auswertung eines Ringversuches mit der visuellen und der potentiometrischen Titrationsmethode = The determination of free fatty acids in milk and cream. Part II, Evaluation of a collaborat...

Autor(en): **Bosset, J.O. / Imhof, Miroslava I. / Bütikofer, U.**

Objekttyp: **Article**

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

Band (Jahr): **81 (1990)**

Heft 5

PDF erstellt am: **24.05.2024**

Persistenter Link: https://doi.org/10.5169/seals-982624

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.

Ein Dienst der *ETH-Bibliothek*
ETH Zürich, Rämistrasse 101, 8092 Zürich, Schweiz, www.library.ethz.ch

http://www.e-periodica.ch

Mitt. Gebiete Lebensm. Hyg. **81**, 510–521 (1990)
Eingegangen 26. Juni 1990. Angenommen 11. Juli 1990

Die Bestimmung der freien Fettsäuren in Milch und Rahm

II. Auswertung eines Ringversuches mit der visuellen und der potentiometrischen Titrationsmethode

The Determination of Free Fatty Acids in Milk and Cream

II. Evaluation of a Collaborative Study Using the Visual and the Potentiometric Titration Methods

J. O. Bosset, Miroslava I. Imhof und *U. Bütikofer*
Eidg. Forschungsanstalt für Milchwirtschaft, Liebefeld-Bern

Einleitung

In dieser Reihe von Arbeiten werden gewisse neue Beiträge zur Bestimmung der freien Fettsäuren in Milch und Rahm veröffentlicht. Im Teil I (1) wurde eine neue potentiometrische Titrationsmethode in einem nichtwässerigen Milieu als Alternative zur visuellen Titrationsmethode nach *Deeth* (2) vorgeschlagen. Als Hauptvorteile bietet die potentiometrische Titrationsmethode die Objektivität der Erfassung des Tritrationsequivalenzpunktes (Unabhängigkeit von der visuellen Empfindlichkeit der Bedienungsperson und den Beleuchtungsbedingungen) sowie die Möglichkeit einer Automatisierung der Titration. Ein interner Vergleich (1) dieser beiden Methoden hat eine gute Übereinstimmung ($r = 0{,}98$; $n =$ 130 Parallelbestimmungen) gezeigt. Der grössere Variationskoeffizient *VK* der potentiometrischen Titration (2–5%) im Vergleich zur visuellen Titration (1–2%) kann der effektiven Unabhängigkeit der elektrochemischen Messwerte bei der Wiederholung der Bestimmung derselben Probe sowie der schwer kontrollierbaren Quellschicht der Glaselektrode zugeschrieben werden (1).

Ziel der vorliegenden Arbeit ist, die *Übereinstimmung* der in verschiedenen Laboratorien mit einer der beiden Methoden erhaltenen Messwerte sowie die *Wiederhol-* und *Reproduzierbarkeit* der Messwerte aller Laboratorien im Rahmen eines Ringversuches zu bestimmen. Im eigenen Laboratorium wurden beide Methoden und zusätzlich die Lindqvist-Methode angewandt (3).

Experimenteller Teil

Probenwahl

Milchproben

A) Rohmilch aus eigener Versuchskäserei, maschinengemolken, weder thermisch noch mechanisch behandelt, 4,4% Fettgehalt (butyrometrisch)
B) Rohmilch, mechanisch beschädigt (1 min bei 30 000 Upm, Polymetron-Homogenisator), 4,2% Fettgehalt (butyrometrisch)
C) «Milch-Drink» aus dem Handel, pasteurisiert, homogenisiert, 2,7% Fettgehalt (butyrometrisch)

Extrahierte Milchproben (siehe Vorbereitung unter «Milchprobenextrakt» in Teil I (1))

- ohne Myristinsäurezusatz
- mit 0,55 mmol Myristinsäurezusatz pro Liter Milchprobenextrakt
- mit 1,00 mmol Myristinsäurezusatz pro Liter Milchprobenextrakt
- mit 2,00 mmol Myristinsäurezusatz pro Liter Milchprobenextrakt

Sämtliche Proben wurden doppelt, aber verschieden kodiert verteilt. Bei den extrahierten Milchproben wurde noch der entsprechende «Blindprobenextrakt» (siehe auch Teil I (1)) einfach und unkodiert verteilt. Alle Proben wurden sehr früh vorbereitet und am gleichen Morgen als Eilsendung den teilnehmenden Laboratorien zugesandt.

Analysenmethoden

Visuelle (nichtautomatisierbare) Titrationsmethode

Die visuelle Titration nach *Deeth* (2) wurde als Vergleichsmethode angewandt. In den Laboratorien Nr. 1, 5 und 6 wurde diese Titration unter Stickstoffspülung (Verdrängung des Kohlendioxids aus der Umgebungsluft) ausgeführt. In den anderen Laboratorien (Nr. 2, 3 und 4) aber nicht.

Potentiometrische (diskontinuierliche, automatisierte) Titrationsmethode

Diese neu vorgeschlagene Titrationsmethode wurde in Teil I (1) ausführlich beschrieben.

Photometrische (im Durchfluss automatisierte) Bestimmungsmethode

Die Methode nach *Lindqvist* (3) beruht auf der unter Inertgas (N_2) kontinuierlichen photometrischen Bestimmung der Farbänderung eines Farbindikators (Phenolrot) in Anwesenheit der nach *Lindqvist* extrahierten freien Fettsäuren (FFS).

Das organische Extraktionsgemisch (Isopropanol + Heptan + Schwefelsäure 0,5 mol/l in Wasser mit dem Volumenverhältnis: 25 + 25 + 2) ist ähnlich, aber

nicht identisch mit demjenigen nach *Deeth* (Isopropanol + Petrolether + Schwefelsäure 2 mol/l in Wasser mit dem Volumenverhältnis: 40 + 10 + 1).

Teilnehmende Laboratorien

Im Ringversuch wandten 6 verschiedene Laboratorien die visuelle Titrationsmethode nach *Deeth*, 4 die vorgeschlagene potentiometrische Titrationsmethode und 1 die photometrische Bestimmung nach *Lindqvist* an. Für gewisse Laboratorien war die von ihnen angewandte Methode neu, andere hatten damit bereits grosse Erfahrung.

Statistische Auswertung

Die statistische Auswertung dieses Ringversuchs wurde nach der ISO-Norm 5725 (4) durchgeführt. Die Ausreisser wurden mit dem Test von *Dixon* (5) bestimmt. Die Regressionsgeraden wurden nach *Riedwyl* berechnet (6). Sämtliche Proben (Milchproben, extrahierte Milchproben sowie Blindprobenextrakte) wurden mit allen Methoden dreifach bestimmt.

Resultate und Diskussion*

Streng genommen dürfte der vorliegende Ringversuch wegen des zu geringen Datenmaterials (zu wenige Laboratorien pro Analysenmethode, zu wenige Wiederholungen pro Probe und pro Laboratorium, zu viele Analysenmethoden gleichzeitig) statistisch eigentlich nicht ausgewertet werden. Deswegen sollten die Resultate der ausgeführten statistischen Tests nur als Richtwerte interpretiert werden.

Milchproben

Aus Abbildung 1 und 2 sind die Resultate sämtlicher Laboratorien ausser Laboratorium Nr. 8 (keine Milchproben) für die 3 verschiedenen Milchproben ersichtlich.

Die «mechanisch beschädigte» Rohmilchprobe B wies praktisch keinen Unterschied im Vergleich zur unbehandelten Rohmilch A auf, was schwierig zu erklären ist. Die weniger Fett enthaltende pasteurisierte Milch («Milch-Drink») zeigte eine signifikante Differenz in ihrem Gehalt an freien Fettsäuren, welche der thermischen und mechanischen Behandlung (Homogenisierung, Pumpen, Rühren) sowie auch der teilweisen Entrahmung zuzuschreiben ist.

Abbildung 2 zeigt eine gute Übereinstimmung (<3% Abweichung) der Mittelwerte der beiden Titrationsmethoden (visuell und potentiometrisch). Dies bestä-

* Sämtliche Rohdaten sind für weitere Auswertungen bei den Autoren erhältlich.

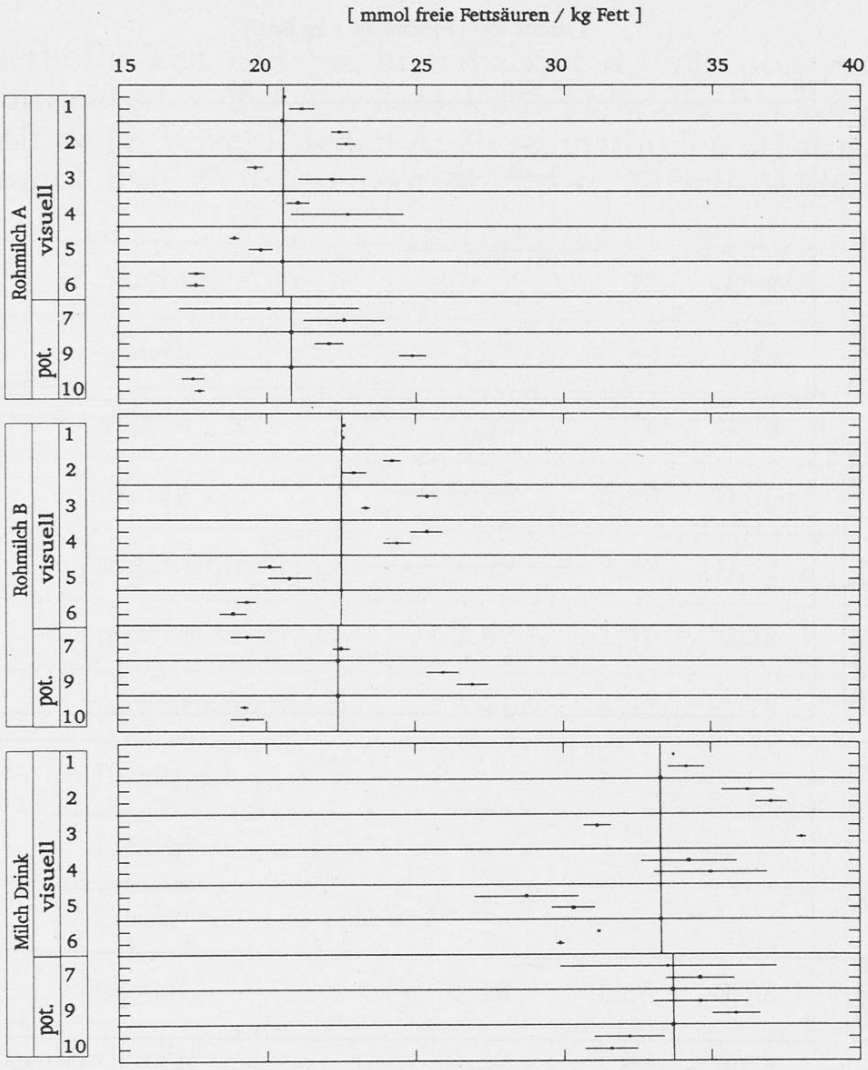

Abb. 1. Mittelwerte und Standardabweichungen ($n = 3$) sämtlicher mit der visuellen und der potentiometrischen Titration erhaltenen Messwerte für 3 Milchproben (Laboratorium Nr. 8 hat nicht teilgenommen)

Legende: A = Rohmilch unbehandelt; B = Rohmilch mechanisch beschädigt; C = «Milch-Drink». Die Milchproben wurden doppelt, aber verschieden kodiert verteilt. Die senkrechten Linien entsprechen dem Mittelwert jeder Analysenmethode und Probe

tigt, was schon früher im eigenen Laboratorium festgestellt wurde (1). Allerdings ist die Streuung der in den verschiedenen Laboratorien gemessenen Werte (Reproduzierbarkeit) recht gross. Die Differenz zwischen den höchsten und den tiefsten Messwerten liegt zwischen 25 und 35% relativ, unabhängig von der angewandten Titrationsmethode. Diese grossen Unterschiede zwischen den verschiedenen Laboratorien können durch folgende Gründe erklärt werden:

- ungenügende Erfahrung gewisser Teilnehmer am Ringversuch sowohl bei der Extraktion als auch bei der Titration;
- ungenügende Schutzmassnahmen gegen den Einfluss des Kohlendioxids der Luft;
- Ungenauigkeit der Analysenmethoden selbst.

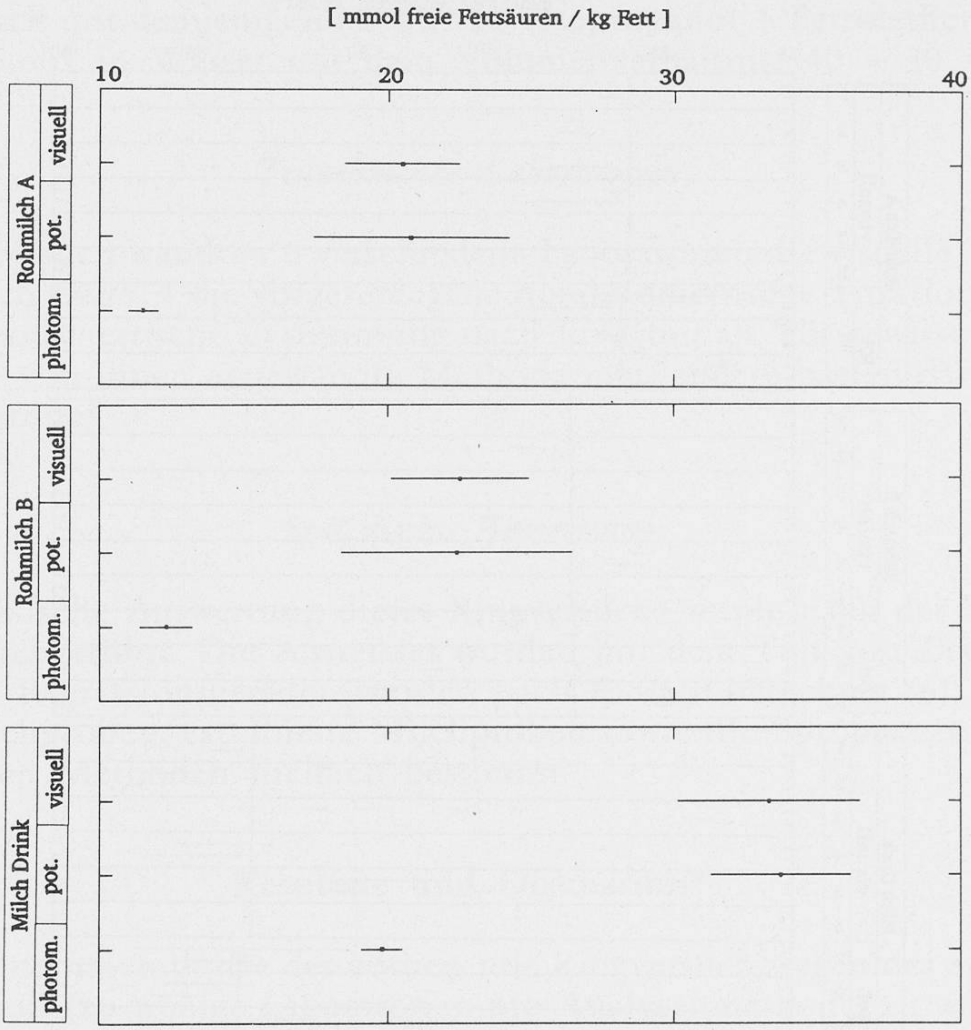

Abb. 2. Mittelwerte und Standardabweichungen der visuellen (n = 36) und der potentiometrischen (n = 18) Titration sowie der photometrischen Bestimmung nach Lindqvist (n = 6) für 3 Milchproben (Laboratorium Nr. 8 hat nicht teilgenommen)

Legende: A = Rohmilch unbehandelt; B = Rohmilch mechanisch beschädigt; C = «Milch-Drink». Die Resultate der 2 identischen, aber verschieden kodierten Proben wurden zusammengefasst und als eine einzige Probe behandelt, 6fach bestimmt. Das Extraktionsgemisch nach Lindqvist weist eine andere Zusammensetzung als dasjenige nach Deeth auf

Gewisse Laboratorien sind tendenzmässig leicht tiefer (z. B. Laboratorien Nr. 5 und 6) oder höher (z. B. Nr. 2 und 4) als der Mittelwert oder weisen sogar eine grosse Streuung (z. B. Nr. 3) auf.

Für die Milchproben sind die Wiederholbarkeit r und die Reproduzierbarkeit R der visuellen Titration (r = 2–5%; R = 6–9%) um einen Faktor 1,5 tiefer als diejenigen der potentiometrischen Titration (r = 3–5%; R = 7–11%; Tabelle 1).

Die mit der Lindqvist-Analysenmethode erhaltenen Messwerte liegen signifikant tiefer (50–60% der Messwerte nach *Deeth*). Die Differenz ist der Zusammensetzung des Extraktionsgemisches zuzuschreiben.

Tabelle 1. Wiederholbarkeit *r*, Reproduzierbarkeit *R*, Präzisionsverhältnis *P*, Gesamtmittelwert $\bar{x}$ und Standardabweichung der Reproduzierbarkeit *sR* der mit den 3 verschiedenen Analysenmethoden erhaltenen Messwerte (in mmol freie Fettsäuren/kg Milchfett) (3fach-Bestimmung)

Probe	Methode	*r*	*R*	*P=r/R*	$\bar{x}$	*sR*
Rohmilch A	visuell	2,71	5,64	0,48	20,5	1,99
Rohmilch B	visuell	1,95	6,76	0,29	22,5	2,39
Milch Drink	visuell	5,06	8,98	0,56	33,3	3,17
Rohmilch A	potentiometrisch	4,99	9,59	0,52	20,8	3,39
Rohmilch B	potentiometrisch	2,67	11,39	0,23	22,4	4,03
Milch Drink	potentiometrisch	5,41	6,91	0,78	33,7	2,44
Rohmilch A	Lindqvist				11,5	0,5
Rohmilch B	Lindqvist				12,3	0,9
Milch Drink	Lindqvist				19,8	0,7
Ohne Zusatz*	visuell	1,18	1,64	0,72	27,7	0,58
Zusatz* 0.55 mmol/l	visuell	1,32	2,03	0,65	27,2	0,72
Zusatz* 1.00 mmol/l	visuell	2,22	2,77	0,80	27,2	0,98
Zusatz* 2.00 mmol/l	visuell	2,97	3,66	0,81	26,7	1,29
Ohne Zusatz*	potentiometrisch	2,85	3,82	0,75	26,8	1,35
Zusatz* 0.55 mmol/l	potentiometrisch	3,07	6,09	0,50	26,6	2,15
Zusatz* 1.00 mmol/l	potentiometrisch	4,72	14,27	0,33	27,7	5,04
Zusatz* 2.00 mmol/l	potentiometrisch	3,96	11,2	0,35	26,4	3,96

* Anreicherung eines Milchprobenextraktes mit Myristinsäure (siehe auch Legende zu Abb. 3).

Milchprobenextrakte

Abbildungen 3 und 4 stellen die Resultate für die 4 mit Myristinsäure verschieden angereicherten Milchprobenextrakte dar.

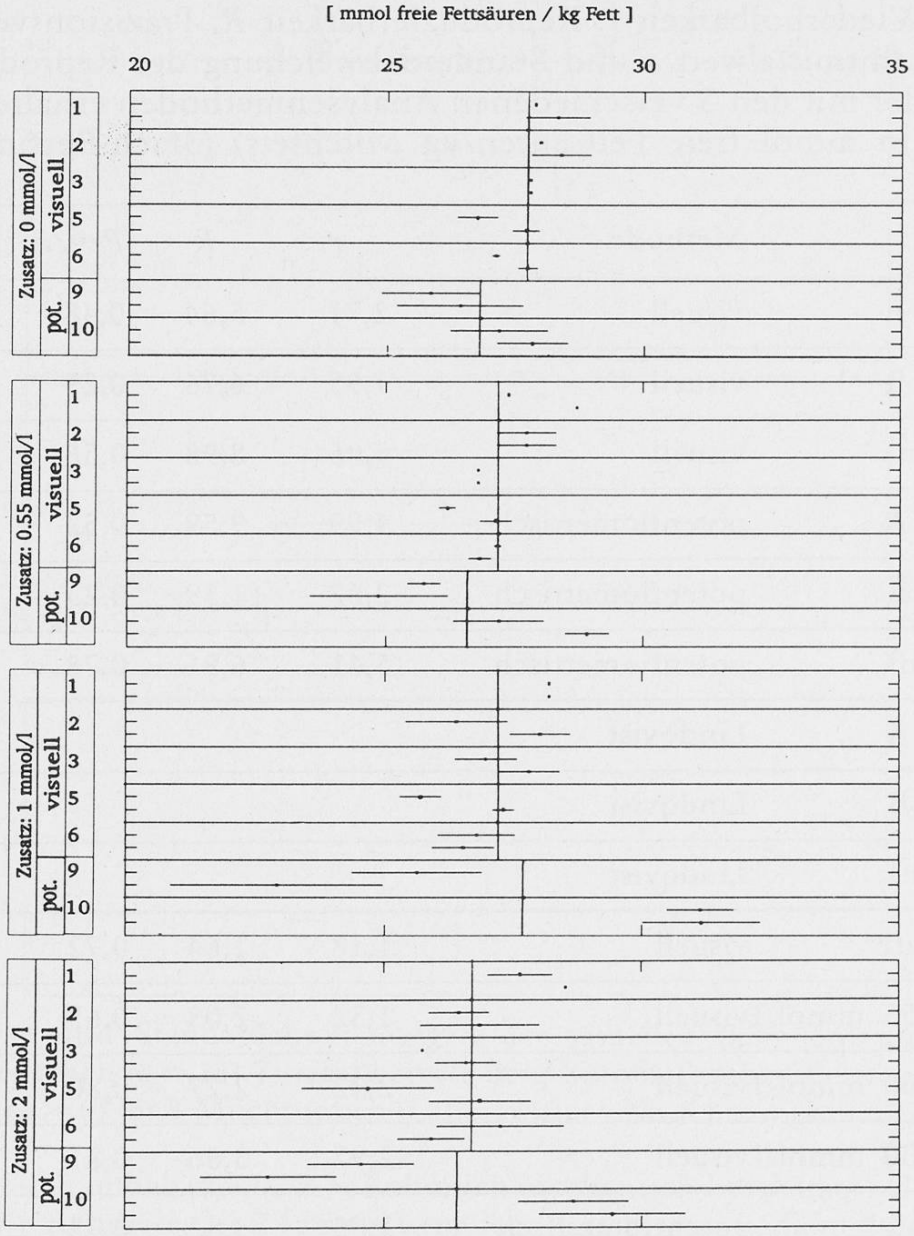

Abb. 3. Mittelwerte und Standardabweichungen ($n = 3$) sämtlicher mit der visuellen und der potentiometrischen Titration erhaltenen «korrigierten Daten» für ein Milchprobenextrakt mit 4 Myristinsäurezusätzen (Laboratorien Nr. 4, 7 und 8 wurden als Ausreisser nicht berücksichtigt)

Legende: ohne Myristinsäurezusatz
mit 0,55 mmol Myristinsäurezusatz pro Liter Milchprobenextrakt
mit 1,00 mmol Myristinsäurezusatz pro Liter Milchprobenextrakt
mit 2,00 mmol Myristinsäurezusatz pro Liter Milchprobenextrakt
Die Proben wurden doppelt, aber verschieden kodiert verteilt. Die senkrechten Linien entsprechen dem Mittelwert jeder Analysenmethode und Probe.
Um sämtliche Milchprobenextrakte mit derselben Skala darstellen zu können, wurden die «korrigierten Daten» (= Messwerte – Blindprobenextrakt – bekannte Zusätze) dargestellt. Die Streuung dieser «korrigierten Daten» liegt innerhalb des analytischen Messfehlers.

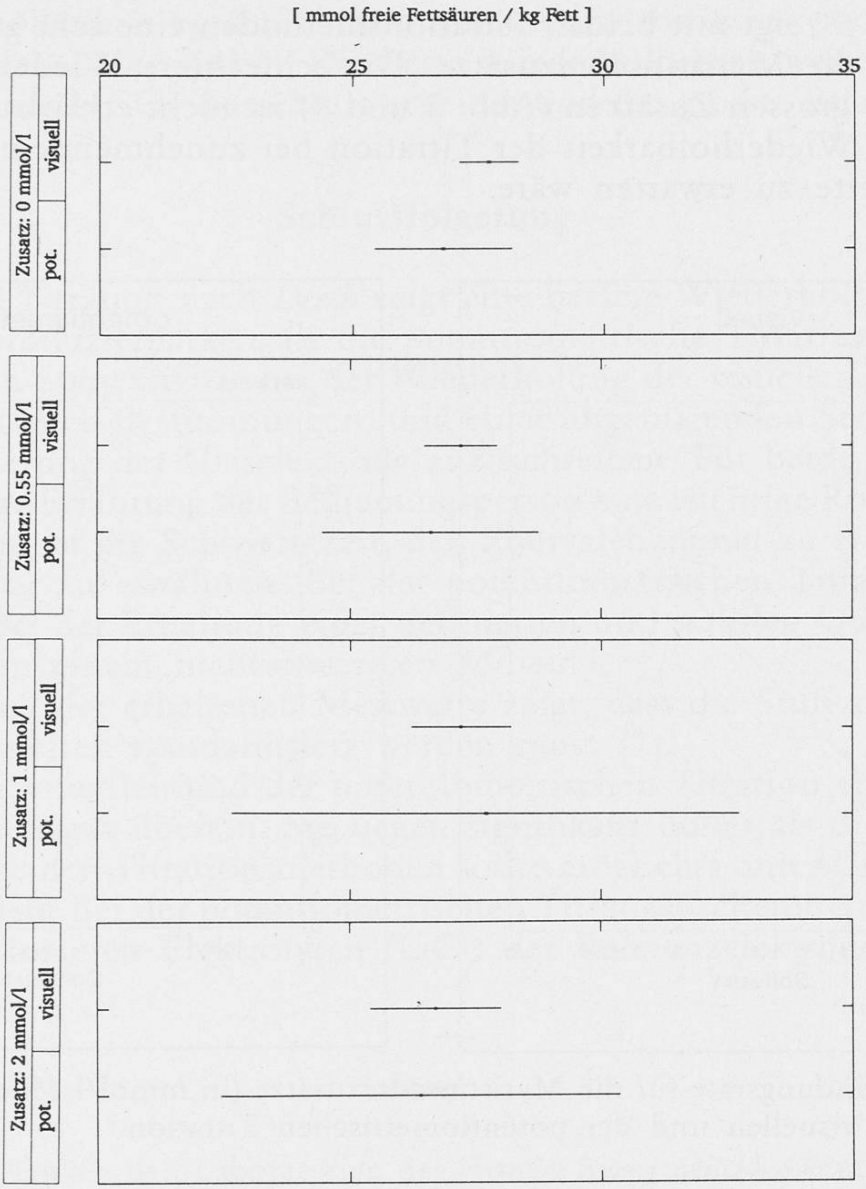

Abb. 4. Mittelwerte und Standardabweichungen der Mittelwerte der visuellen ($n = 30$) und der potentiometrischen ($n = 12$) Titration für einen Milchprobenextrakt mit 4 Myristinsäurezusätzen (Laboratorien Nr. 4, 7 und 8 wurden als Ausreisser nicht berücksichtigt)

Legende: Die Resultate der 2 identischen, aber verschieden kodierten Proben wurden zusammengefasst und als eine einzige Probe behandelt, 6fach bestimmt (siehe auch Legende zu Abbildung 3)

Abbildung 4 zeigt auch eine gute Übereinstimmung (<3% Abweichung) der Mittelwerte der beiden Titrationsmethoden (visuell und potentiometrisch).

Für die Milchprobenextrakte sind die Wiederholbarkeit r und die Reproduzierbarkeit R der visuellen Titration ($r = 1–3\%$; $R = 2–4\%$) um einen Faktor 2–3 tiefer als diejenigen der potentiometrischen Titration ($r = 3–5\%$; $R = 4–14\%$; Tabelle 1).

Abbildung 5 zeigt mit beiden Titrationsmethoden eine sehr gute Wiederfindungsrate für die Myristinsäurezusätze. Die schlechtere Wiederholbarkeit der Messwerte bei grossen Zusätzen (Abb. 3 und 4) ist nicht erklärbar, da eine Verbesserung der Wiederholbarkeit der Titration bei zunehmendem Ausstossvolumen der Bürette zu erwarten wäre.

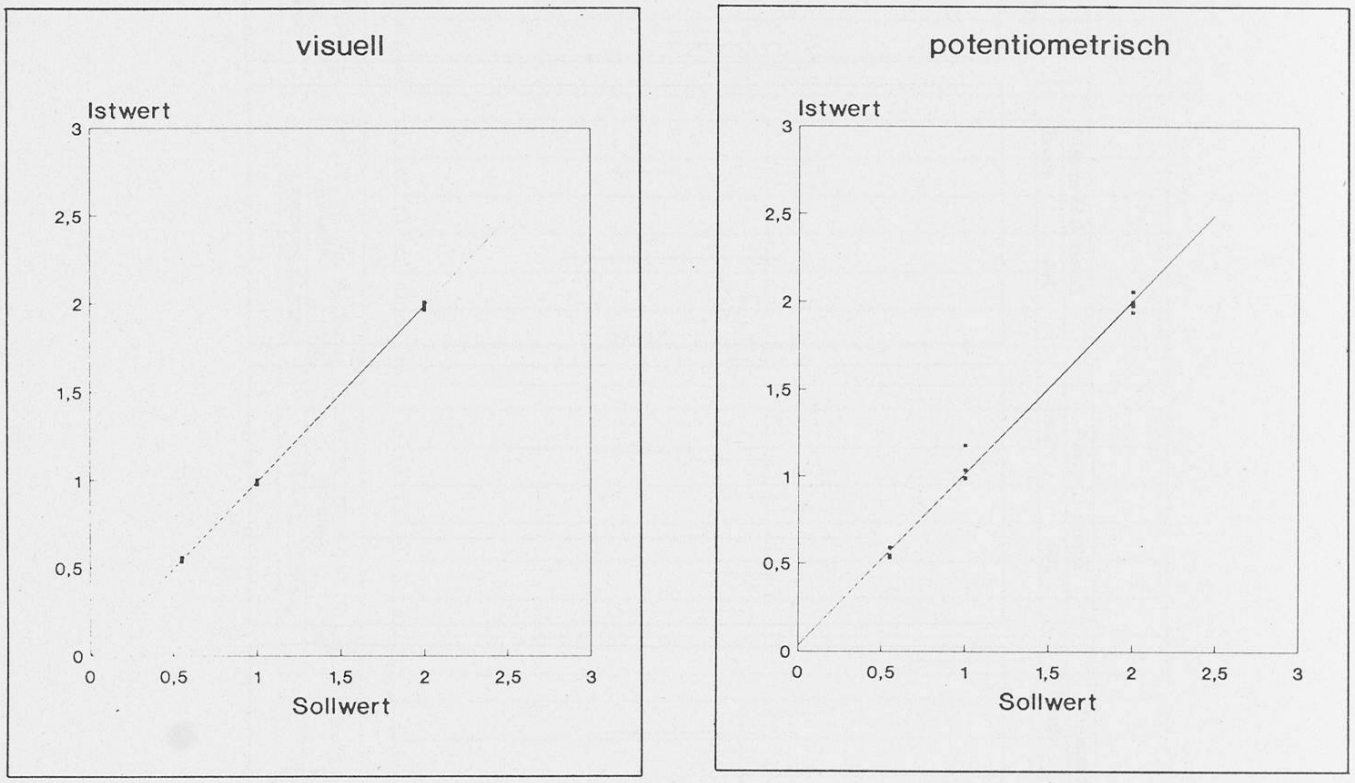

Abb. 5. Wiederfindungsrate für die Myristinsäurezusätze (in mmol/l Milchprobenextrakt) bei der visuellen und der potentiometrischen Titration

Vergleich zwischen Milchproben und -extrakten

Interessanterweise sind die Wiederholbarkeit ($r = 1–3\%$) und die Reproduzierbarkeit ($R = 2–4\%$) der visuellen Titration der Milchprobenextrakte bis zu einem Faktor 2 tiefer als diejenigen der visuellen Titration der Milchproben ($r = 2–5\%$; $R = 6–9\%$). Die grösste Fehlerquelle ist deshalb bei der Extraktionsstufe zu suchen, welche standardisiert werden muss (7). Bei der potentiometrischen Titration tritt dies nicht so deutlich in Erscheinung, weil die Titrationsmethode weniger präzis ist ($r = 3–5\%$, $R = 7–11\%$ ohne Extraktion; $r = 3–5\%$, $R = 4–14\%$ nach Extraktion; Tabelle 1).

Doppelbestimmungen

Die gute Übereinstimmung (Abweichung <5% relativ) der meisten «Doppelproben» (gleiche Proben, aber verschieden kodiert verteilt) deutet auf eine genü-

gende Wiederholbarkeit beider Titrationsmethoden sowie der photometrischen Bestimmung nach *Lindqvist* hin. Die beste Wiederholbarkeit weisen die Laboratorien auf, die unter CO_2-Ausschluss arbeiten und die grösste Erfahrung haben.

Schlussfolgerung

Die visuelle Titration nach *Deeth* zeigt eine bessere Wiederholbarkeit und eine bessere Reproduzierbarkeit als die potentiometrische Titration. Dies ist der unvermeidbaren Subjektivität bei der Wiederholung der visuellen Titration derselben Proben (3fach-Bestimmungen) und einer ungenügenden Standardisierung der Konditionierung der Glaselektrode zuzuschreiben. Für beide Titrationsmethoden spielt die Erfahrung der Bedienungsperson eine wichtige Rolle. Bei der visuellen Titration ist die Schwierigkeit, den Equivalenzpunkt zu erfassen, als wesentlicher Faktor zu erwähnen. Bei der potentiometrischen Titration liegt die Schwierigkeit bei der Erhaltung einer definierten und stabilen Quellschicht der Glaselektrode in einem nichtwässerigen Milieu.

Ein Vergleich der erhaltenen Messwerte zeigt, dass die Stufe der Extraktion der freien Fettsäuren standardisiert werden muss (7).

Die mit der visuellen und der potentiometrischen Titration erhaltenen Mittelwerte stimmen gut überein. Sie liegen signifikant höher als diejenigen nach *Lindqvist.* Bei beiden Titrationsmethoden sollte möglichst unter CO_2-Ausschluss gearbeitet werden. Bei der potentiometrischen Titration scheint eine tägliche Erneuerung des äusseren Elektrolyten (LiCl) der Referenzelektrode empfehlenswert.

Dank

Die Autoren danken den Laboratorien der Firmen *Emmi Milchhof* (Emmen), *Intermilch AG* (Bern), *Metrohm AG* (Herisau), *Miba Milchverband* (Basel), *Toni Milchverband* (Winterthur), des *MKBD* von Genf und Grangeneuve sowie der *FAM* (Liebefeld) für ihre Teilnahme am vorliegenden Ringversuch. Ihren Kollegen Dr. *R. Sieber* und *G. J. Steiger* sei für die wertvolle Kritik und Überprüfung des Manuskriptes gedankt.

Zusammenfassung

In dieser Arbeit werden die Ergebnisse der Bestimmung der freien Fettsäuren der Milch verglichen, die in 11 Laboratorien mit 3 verschiedenen Methoden (visuelle Titration nach Deeth, potentiometrische Titration nach Bosset und photometrische nach Lindqvist) durchgeführt wurde. 3 verschiedene Milchproben sowie ein mit 4 unterschiedlichen Myristinsäurezusätzen angereicherter Milchextrakt wurden als verschieden kodierte Doppelproben den Laboratorien zur Verfügung gestellt. Die Wiederholbarkeit *r* und die Reproduzierbarkeit *R* der Messungen wurden nach der ISO-Norm 5725 berechnet. Die Ausreisser wurden mit dem Test nach Dixon bestimmt und eliminiert. Es lassen sich folgende Schlussfolgerungen ziehen: i) Die visuelle und die potentiometrische Titrationsmethode zeigen eine

gute Übereinstimmung. ii) Die visuelle Titration ist ca. 2,5mal präziser als die potentiometrische Titration. iii) Die Extraktionsstufe nach Deeth muss standardisiert werden. iv) Die Methode nach Lindqvist ergibt wegen der Verwendung eines andern Lösungsmittelgemisches tiefere Werte. v) Die Wiederfindungsrate für die 4 Myristinsäurezusätze beträgt ca. 100%. vi) Die Erfahrung spielt eine wichtige Rolle.

Résumé

Le présent travail présente les résultats d'une comparaison effectuée entre 11 laboratoires concernant le dosage des acides gras libres du lait selon 3 méthodes d'analyse différentes (titrage visuel selon Deeth, titrage potentiométrique selon Bosset et dosage photométrique selon Lindqvist). Comme échantillons, 3 différents laits ainsi qu'un extrait de lait selon Deeth enrichi de 4 différents ajouts donnés d'acide myristique ont été envoyés à double, mais codés différemment, à tous les participants. La répétabilité *r* et la reproductibilité *R* des mesures ont été calculées selon la norme ISO 5725, les valeurs aberrantes ayant été éliminées d'après le test de Dixon. Les conclusions en sont les suivantes: i) le titrage visuel concorde avec le titrage potentiométrique; ii) il est environ 2,5 fois plus précis que ce dernier; iii) la méthode d'extraction des acides gras libres selon Deeth doit être normalisée; iv) la méthode selon Lindqvist donne des résultats très inférieurs dus à l'emploi d'autres solvants d'extraction; v) on retrouve quantitativement les 4 ajouts d'acide myristique; vi) l'expérience de l'opérateur joue un grand rôle.

Summary

This study compares the results of the determination of free fatty acids in milk (visual titration according to Deeth, potentiometric titration according to Bosset and photometric auto-analyzer determination according to Lindqvist). 3 different milk samples and 1 milk extract spiked with 4 different amounts of myristic acid were sent to the laboratories as differently coded double samples. The repeatability *r* and reproducibility *R* of the measurements have been calculated according to ISO standard 5725. The outliers were determinated and eliminated with the Dixon's test. The following conclusions can be drawn: i) The visual and the potentiometric titration method are in agreement; ii) The visual titration is about 2.5 times more accurate than the potentiometric titration; iii) The extraction according to Deeth must be standardized; iv) The method according to Lindqvist gives lower values due to the use of a different solvent for the extraction; v) The recovery of the added myristic acid is about 100%; vi) The experience of the operator plays a great role.

Literatur

1. *Bosset, J. O., Imhof, Miroslava I.* und *Steiger, G. J.:* Die Bestimmung der freien Fettsäuren in Milch und Rahm. I. Entwicklung einer automatisierten potentiometrischen Titrationsmethode in nichtwässerigem Milieu und Vergleich mit der visuellen Titration nach Deeth. Mitt. Gebiete Lebensm. Hyg. **81,** 296–318 (1990).
2. *Deeth, H. C., Fitz-Gerald, C. H.* and *Wood, A. F.:* A convenient method for determination of the extent of lipolysis in milk. Australian J. Dairy Technol. **30,** 109–111 (1975).

3. *Lindqvist, B., Roos, T.* and *Fujita, H.:* Auto-analyzer determination of free fatty acids in farm milk. Milchwissenschaft **30,** 12–17 (1975).
4. DIN-ISO 5725, Nov. 1981, Beuth Verlag, Berlin.
5. *Rey, G.* und *Kreuter, U.:* Statistik im Laboratorium, S. 50–52. Schweiz. Laboratoriums-Z. SLZ, Basel 1986.
6. *Riedwyl, H.:* Regressionsgerade und Verwandtes, S. 34–37. Paul Haupt Verlag, Bern 1990.
7. *Bosset, J. O., Imhof, Miroslava I., Knecht, P.* und *Graber, B.:* Die Bestimmung der freien Fettsäuren in Milch und Rahm. III. Optimierung und Standardisierung des Extraktionsverfahrens mit Hilfe eines neu entwickelten Rotationsschüttlers. Mitt. Gebiete Lebensm. Hyg. (in Vorbereitung).

Dr. J. O. Bosset
Miroslava I. Imhof
U. Bütikofer
Eidg. Forschungsanstalt
für Milchwirtschaft
CH-3097 Liebefeld-Bern