

Ueber die Methoden zum Nachweis des Erhitzungsgrades von Milch

Autor(en): **Zäch, Clemens / Werder, J.**

Objektyp: **Article**

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

Band (Jahr): **25 (1934)**

Heft 2-3

PDF erstellt am: **13.09.2024**

Persistenter Link: <https://doi.org/10.5169/seals-983257>

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.

Ueber die Methoden zum Nachweis des Erhitzungsgrades von Milch.

Von Dr. CLEMENS ZÄCH.

(Mitteilung aus dem Laboratorium des Eidg. Gesundheitsamtes in Bern,
Vorstand: Prof. Dr. J. Werder.)

In der 3. Auflage des Schweizerischen Lebensmittelbuches ist wohl für gekochte resp. hocherhitzte Milch eine Nachweismethode angeführt, nicht aber für pasteurisierte Milch. Nun hat jedoch in letzter Zeit die Herstellung von pasteurisierter Milch derart zugenommen, dass entsprechende Nachweismethoden wünschenswert wären. Es war deshalb unsere Aufgabe, für die Neuauflage des Schweizerischen Lebensmittelbuches eine oder mehrere möglichst einfache und zuverlässige Verfahren zur Kontrolle des Erhitzungsgrades von pasteurisierter Milch vorzuschlagen resp. auszuarbeiten.

Die Durchsicht der betreffenden, besonders in letzter Zeit stark angeschwollenen Literatur mit den vielen widersprechenden Ergebnissen war nicht sehr ermutigend. Jedenfalls wird die eindeutige Feststellung des Erhitzungsgrades mit einer einzigen Methode kaum möglich sein. Eine Erschwerung liegt noch darin, dass nicht nur der Erhitzungsgrad, sondern auch die Erhitzungsdauer beurteilt werden soll, da sehr verschiedene Erhitzungsverfahren in Anwendung kommen. Am bekanntesten sind zur Zeit die Momenterhitzung auf etwa 80°, und die Dauererhitzung während 30 Minuten auf 63°. Diese beiden Verfahren haben wir unseren Untersuchungen zu Grunde gelegt.

In den schweizerischen Betrieben wird zur Zeit mehr nach der Momentpasteurisierungsmethode gearbeitet, wie überhaupt die Tendenz — worauf *Burri*¹⁾ vor kurzem hingewiesen hat — gegenwärtig mehr nach der Seite der Momentpasteurisation hingeht.

Was nun den eigentlichen Nachweis des Erhitzungsgrades von Milch betrifft, so sind eine ganze Reihe von Verfahren in der Literatur beschrieben. Es sind dies hauptsächlich Methoden, die auf dem Nachweis von Enzymen (Peroxydase, Katalase, Aldehydreduktase, Diastase) beruhen, oder die mit Veränderungen der physikalischen Eigenschaften der Milch (Aufrahmungsfähigkeit usw.) zusammenhängen. Daneben sind noch einige andere Verfahren beschrieben, die auf der Bestimmung der noch vorhandenen Eiweisstoffe (Lactalbumin), der Molkenmenge (Verfahren von *Hock*²⁾, sowie auf der Feststellung der Verkäsungszeit (Verfahren von *Ladani*³⁾ beruhen. Von dieser grossen Zahl von Methoden wurden die am zweckmässigsten erscheinenden einer genaueren Nachprüfung unterzogen und wo nötig abgeändert oder vereinfacht.

Unsere Untersuchungen wurden zuerst an im Laboratorium selbst pasteurisierten Milchproben und später an molkereimässig pasteurisierter Handelsmilch ausgeführt. Bei der selbstpasteurisierten Milch handelte es

sich allerdings nur um dauererhitzte Milch, momenterhitzte Milch lässt sich im Laboratorium im Kleinen nicht gut herstellen*). Die pasteurisierte Milch des Handels stammte zur Hauptsache direkt aus dem Betrieb der Berner Verbandsmolkerei**), zum Teil wurde sie auch aus dem Kleinhandel bezogen.

Die Untersuchungen wurden im Frühjahr 1933 ausgeführt und erstreckten sich auf eine relativ kleine Anzahl von Milchproben. Eine eingehende Untersuchung vieler Milchproben war hier nicht möglich — das ist eher Sache eines milchwirtschaftlichen Forschungsinstitutes — und war auch nicht beabsichtigt.

Beschreibung der Methoden.

Im folgenden seien die einzelnen Verfahren in der Form, wie ich sie angewendet habe, beschrieben; im Hinblick auf deren Anwendung in der Praxis bemühte ich mich, die Vorschriften möglichst einfach zu gestalten.

1. Peroxydase-Nachweis nach Rothenfusser.

Reagens: 1 g p-Phenylendiamin-Chlorhydrat wird in 15 cm³ Wasser gelöst und mit einer Auflösung von 2,6 g Guajacol in 135 cm³ Alkohol vermischt. Das Reagens ist nur beschränkt haltbar.

Man mischt etwa 10 cm³ Milch mit 1 Tropfen Wasserstoffsperoxydlösung (1%ig) und ca. 10 Tropfen *Rothenfusser*-Reagens. Ist Peroxydase vorhanden, so entsteht sofort oder nach wenigen Minuten eine rot-violette Färbung. Eine erst nach längerer Zeit (1 Stunde) eintretende Färbung wird nicht berücksichtigt.

Diese Methode ist bereits im Schweizerischen Lebensmittelbuch (3. Aufl., S. 12) beschrieben als Nachweismethode von gekochter Milch. Die Herstellung des Bleiserums, wie es dort vorgeschrieben ist, ist jedoch für gewöhnliche Untersuchungen nicht nötig; zudem hat sich gezeigt, dass die Verwendung des Bleiserums unter Umständen zu Trugschlüssen führen kann, da ein Ueberschuss von Blei im Filtrat bereits an sich eine violette Färbung bewirkt, ohne dass Peroxydase vorhanden ist.

2. Katalase-Probe.

Die Bestimmung der Katalase erfolgte mit dem Apparat von *Köstler* nach den Angaben des Schweiz. Lebensmittelbuches (3. Aufl., S. 14). Zweckmässig wird neben dem normalen Versuch ein Blindversuch mit derselben, aber zuvor gekochten Milch ausgeführt, wie es auch *Burstein* und *Frum*¹⁶⁾ vorschreiben. Ich erhielt dabei regelmässig eine Gasmenge von etwa 2 cm³ (auf 100 cm³ Milch); dieser Wert ist von der gefundenen Katalasezahl zu subtrahieren, da er nicht von der Milchkatalase herrühren kann.

*) Vergl. aber den Nachtrag S. 98.

**) Der Berner Verbandsmolkerei sei für die in zuvorkommender Weise zur Verfügung gestellten Milchproben verbindlichst gedankt.

3. Aldehydreduktase-Probe nach Schardinger.

Diese Probe wurde von mir in folgender Weise ausgeführt:

Reagens: 5 cm³ einer gesättigten alkoholischen Lösung von Methylenblau-Chlorhydrat (*Grübler*) werden mit 5 cm³ Formalin (40%ig) und 190 cm³ Wasser gemischt.

Man gibt 1 cm³ Reagens in ein *Lobeck-Gerber'sches* Reduktaseröhrchen*), füllt mit Milch auf bis zur Marke 20 cm³, verschliesst provisorisch, mischt durch dreimaliges Umdrehen des Röhrchens und verschliesst dann endgültig durch Umkehren des Stopfens unter völligem Austreiben der Luft. Das Röhrchen wird in ein Wasserbad von 40° vollständig eingetaucht und die Zeit bis zur vollständigen Entfärbung mittels Stoppuhr auf $\frac{1}{4}$ Minute genau gemessen. Als Anfangszeit wird das Einsetzen in das Wasserbad angesehen.

Um vergleichbare Resultate zu erhalten, ist bei der Ausführung der Reaktion möglichst gleichmässig zu verfahren, insbesondere sollte stets dasselbe Methylenblau-Fabrikat verwendet werden, da die einzelnen Fabrikate oft verschiedene Entfärbungszeiten ergeben können**).

Die zu untersuchende Milch soll vor oder während der Reaktion nicht unnötigerweise stark geschüttelt werden, da der in der Milch gelöste Luft-sauerstoff eine verzögernde Wirkung auf die Entfärbungszeit hat, worauf u. a. *Buttenberg*⁴⁾ und neuerdings auch *Strohecker* und *Schnerb*⁵⁾ hingewiesen haben.

Werden z. B. von zwei Proben derselben Milch die eine kurze Zeit kräftig geschüttelt und dann beide Proben der *Schardinger*-Reaktion unterworfen, so zeigt die geschüttelte Probe eine viel längere Entfärbungszeit als die ungeschüttelte. Um diesen störenden Einfluss des gelösten Sauerstoffs auszuschalten, leiten *Strohecker* und *Schnerb* 10 Minuten lang einen Kohlen-säurestrom durch die zu untersuchende Milch, wodurch die Luft ausgetrieben wird. Auf diese Weise sind die genannten Autoren zu gleichmässigeren und wesentlich kürzeren Entfärbungszeiten gekommen.

Ich habe dieses Verfahren von *Strohecker* u. *Schnerb* nachgeprüft, bin aber zu keinen befriedigenden Resultaten gekommen. In einer Reihe verschiedener Milchproben wurde die *Schardinger*-Reaktion mit und ohne vorherige CO₂-Behandlung ausgeführt, wobei folgende Werte erhalten wurden (Entfärbungszeit in Minuten):

	Rohmilch						Dauerpasteurisierte Milch				Momentpast. Milch	
	1.	2.	3.	4.	5.	6.	1.	2.	3.	4.	1.	2.
ohne CO ₂	8 $\frac{1}{4}$	10 $\frac{3}{4}$	8 $\frac{1}{4}$	6 $\frac{3}{4}$	10	7 $\frac{3}{4}$	4 $\frac{1}{2}$	9 $\frac{1}{2}$	17	8 $\frac{3}{4}$	13 $\frac{1}{4}$	13 $\frac{3}{4}$
mit CO ₂	9 $\frac{3}{4}$	11 $\frac{1}{4}$	8	7	6 $\frac{3}{4}$	7 $\frac{1}{2}$	4	9 $\frac{3}{4}$	9	9 $\frac{1}{2}$	12	11 $\frac{1}{2}$

Die CO₂-Behandlung bewirkte in den meisten Fällen keine wesentliche Verkürzung der Entfärbungszeit, in einigen Fällen ist sogar eine Verlängerung zu beobachten. Worauf dieses merkwürdige Verhalten beruht, ist mir unerklärlich. Ich arbeitete allerdings unter etwas abweichenden Bedingungen, indem ich an Stelle der von *Strohecker* u. *Schnerb* angegebenen Röhrchen direkt ein *Gerber'sches* Reduktase-Röhrchen zur CO₂-Behandlung verwen-

*) Beschrieben bei *König*, Chemie der Nahrungs- und Genussmittel, 4. Aufl., Bd. III, 2. Teil, S. 236.

**) Das von *Strohecker* u. *Schnerb* verwendete «Methylenblau *Höchst* Ia D» konnten wir uns nicht beschaffen, weshalb wir ein Präparat von *Grübler & Co.* Leipzig, benützten.

dete und ferner nicht bei 60°, sondern bei 40°*) beobachtete, da bei dieser Temperatur die Unterschiede der Entfärbungszeiten zwischen Rohmilch und pasteurisierter Milch etwas grösser sind. Doch dürften diese Änderungen auf das Resultat kaum einen wesentlichen Einfluss haben.

Da diese CO₂-Behandlung nach meinen Versuchen keine wesentlichen Vorteile gegenüber der gewöhnlichen Ausführung der *Schardinger*-Reaktion zu bieten scheint, wurde sie wieder verlassen.

4. Diastase-Nachweis.

An Stelle des von *Rothenfusser*⁶⁾ vorgeschlagenen Verfahrens des Diastase-Nachweises im Bleiserum habe ich die einfachere Vorschrift nach *H. Meyer*⁷⁾ in folgender Form angewandt:

In einem 25 cm³-Messzylinder mit Glasstopfen werden 25 cm³ Milch mit 1,25 cm³ (Pipette mit Wattepfropf!) einer frisch bereiteten, 1%igen Stärkelösung [lösliche Stärke, trocken, nach *Zulkowsky* (Merck)] gemischt und 3 Stunden in ein Wasserbad von 40° vollständig eingetaucht. Dann wird abgekühlt, mit ca. 1,5 cm³ konzentrierter Salzsäure versetzt, kräftig geschüttelt und durch ein Faltenfilter filtriert. Man versetzt 2 cm³ des leicht getrübbten Filtrates mit 2 cm³ 0,001-n-Jodlösung und beobachtet die entstehende Färbung, indem man von oben durch das Reagensglas hindurchsieht. Bei erhitzter Milch entsteht je nach der noch vorhandenen Stärkemenge eine grau-violette bis blaue Färbung, während Rohmilch nur eine gelbe Färbung ergibt. Als positiv wird die Reaktion bezeichnet, wenn eine gelbe Färbung auftritt, d. h. wenn die Diastase noch voll wirksam war und die ganze zugesetzte Stärkemenge abbauen konnte.

Die zu untersuchende Milch darf nicht über 10 Säuregrade (S. H.) aufweisen.

Die Anwendung eines einheitlichen Stärkepräparates ist wichtig, da die verschiedenen Stärkepräparate verschiedene Diastasemengen zum Abbau erfordern. Nach *Weinstein*⁸⁾ z. B. werden 10 cm³ 1%ige Stärkelösung von 100 cm³ Rohmilch eben noch abgebaut, während bei unseren Versuchen dazu fast die doppelte Menge an Milch notwendig ist.

5. Lactalbumin-Probe.

Zur Bestimmung der vorhandenen Lactalbuminmenge wurde die Methode von *Umbrecht* und *Vogt*⁹⁾ angewandt**):

Reagens nach *Esbach*: Man löst 1 g Pikrinsäure und 1 g Essigsäure in Wasser zu 100 cm³.

25 cm³ Milch werden im 25 cm³-Messzylinder mit Glasstopfen mit 5 g festem Ammoniumsulfat kräftig geschüttelt und nach einigen Minuten durch ein Faltenfilter filtriert. 1 cm³ des meist vollständig klaren Filtrates werden im Reagensglas mit 4 cm³ Wasser und 0,1 cm³ *Esbach's* Reagens versetzt und nach dem Durchmischen genau 5 Minuten in ein kräftig kochendes Wasserbad gestellt. Nach dem Abkühlen wird kurz aber kräftig geschüttelt und möglichst vollständig in ein Millimeter nach *Thöni* umgegossen. Nach 10 Minuten langem Zentrifugieren bei 1600 Touren wird die Sedimenthöhe abgelesen.

*) Die höhere Temperatur soll das Bakterienwachstum verhindern, doch wird dies ja bereits durch den Formaldehydgehalt des Reagens bewirkt.

***) Auf derselben Grundlage beruht ein in jüngster Zeit publiziertes Verfahren von *Bengen*¹⁷⁾, auf welches hier nur verwiesen ist.

Die zu untersuchende Milch darf nicht über 10 Säuregrade (S. H.) aufweisen.

Es ist wichtig, dass man sich genau an die Versuchsbedingungen hält.

Das Schütteln nach dem Erhitzen ist notwendig, um das ausgeschiedene Albumin fein zu verteilen, da sonst oft Verstopfung des oberen Teiles der Messkapillare eintritt.

6. Aufrahmungs-Probe.

Ich führte diese Probe mit verdünnter Milch in folgender Weise aus:

Etwa 10 cm³ Milch werden mit 1 Tropfen Wasserstoffsperoxyd-lösung (1 %ig) und 5—10 Tropfen *Rothenfusser'schem* Peroxydase-reagens*) vermischt. Von der in der Regel rotviolett gefärbten Milch werden 5 cm³ in ein 10 cm³-Präzisionsmesszylinderchen gebracht und mit Wasser auf 10 cm³ verdünnt. Man lässt 2 Stunden in fließendem Wasser bei 10—12° ruhig stehen. Dann wird die Dicke der Rahmschicht abgelesen.

Für homogenisierte wie überhaupt für Milch, die einer gewaltsamen mechanischen Behandlung ausgesetzt war, ist das Verfahren nicht brauchbar, ebenso nicht für Milch mit über 10 Säuregraden (S. H.).

Diese Ausführungsart der Aufrahmungs-Probe ist wesentlich einfacher als die Vorschriften von *Orla-Jensen*¹⁰⁾ und von *Kluge*¹¹⁾ und ist meines Erachtens für praktische Zwecke ausreichend.

7. Reaktion Schern-Gorli.

Diese Reaktion wurde von mir in folgender Form angewandt:

5 cm³ Milch werden mit gleichviel Wasser verdünnt, im Reagensglas oder im 10 cm³-Messzylinderchen mit 1—2 Tropfen einer wässrigen, ca. 5 %igen Ultramarinblau-Suspension versetzt und gut durchgemischt. Man lässt zwei Stunden bei Zimmertemperatur ruhig stehen und beobachtet dann, ob an der Oberfläche der Milch ein blauer Ring entstanden ist oder nicht.

Diese von *Schern* und *Gorli*¹²⁾ ursprünglich als Blutkörperchen-Reaktion angegebene Reaktion ist seither von verschiedenen Seiten nachgeprüft und abgeändert, aber recht widersprechend beurteilt worden. Die Reaktion wird jetzt meist nach der Technik von *Kohn* und *Klemm*¹³⁾ vorgenommen: 5 cm³ Milch werden mit 5 Tropfen einer wässrigen Suspension von Karmin oder Tierkohle gemischt und 2 Stunden bei 40° stehen gelassen. Bei Rohmilch soll sich dann ein blauer Ring bilden, nicht aber bei pasteurisierter Milch. Ich konnte jedoch nach dieser Vorschrift keine befriedigenden Resultate erhalten. Frische rohe oder frisch pasteurisierte Milch zeigte in vielen Fällen keine oder nur undeutliche Ringbildung, während ältere Milch dagegen oft starke Ringbildung ergab, gleichviel ob roh oder pasteurisiert. Die Resultate wurden erst besser, als ich mit verdünnter Milch (1:1) und bei Zimmertemperatur (statt bei 40°) arbeitete; auf diese Weise erhielt ich regelmässigeren und recht brauchbare Werte.

*) Herstellung siehe bei Peroxydase-Probe.

Die Natur der färbenden Substanz spielt keine wesentliche Rolle. *Kohn* und *Klemm* arbeiten mit Karmin oder Tierkohle; ich habe die Verwendung von Ultramarinblau, wie es *Wiss*¹⁴⁾ vorschlägt, vorgezogen.

Was die Beurteilung der Stärke der Reaktion betrifft, so kann folgendes Schema als Anhaltspunkt dienen:

Bezeichnung der Reaktion		Dicke des Ringes im 10 cm ³ -Messzylinder
sehr stark	+++++	ca. 0,5 cm ³
stark	++++	» 0,4 »
deutlich	+++	» 0,3 »
schwach	++	» 0,2 »
sehr schwach	+	» 0,1 »
Spur	(+)	unter 0,1 »
keine Reaktion	0	0 »

Ergebnisse.

In der Tabelle I ist ein Teil der nach den oben beschriebenen Verfahren erhaltenen Resultate wiedergegeben. Ein Teil der betreffenden Milchproben wurde jeweils sofort untersucht, der andere erst nach 24-stündiger Aufbewahrung im Eisschrank bei ca. +8°. Wenn auch die Zahl der untersuchten Proben nicht sehr gross ist, so genügt sie doch, um Schlüsse auf die Brauchbarkeit der Methoden ziehen zu können. Die einzelnen Ergebnisse seien hier kurz besprochen:

Rothenfusser'sche Peroxydase-Reaktion. Rohmilch, sowie dauerpasteurisierte Milch ergaben stets positive Reaktion. Die momentpasteurisierte Milch der Molkerei A zeigte in der Regel ebenfalls positive Reaktion, während diejenige der Molkerei B negative Reaktion ergab. Es steht dies mit den Literaturangaben im Einklang, wonach die Peroxydase zwischen 75 bis 80° vernichtet wird. Momenterhitzung auf 80° scheint die Grenze zu sein, wo die Reaktion eben noch eintritt. Offenbar ist die pasteurisierte Milch der Molkerei B gerade etwas über den kritischen Punkt erhitzt worden. Die von *Jeschki*¹⁵⁾ gemachte Angabe, dass eine richtig hochpasteurisierte Milch stets negative Peroxydase-Reaktion ergeben müsse, ist danach keineswegs zutreffend.

Die *Katalase-Probe* ergab folgendes: Frische Rohmilch zeigte Werte von 4—13, während über 55° erhitzte, dauerpasteurisierte sowie momentpasteurisierte Milch nur sehr geringe Katalasezahlen (0—1,5 am 1. Tag) aufwies. Nach 1-tägigem Stehen im Eisschrank erhöhten sich diese Werte in der Regel etwas, bei Rohmilch bis auf 35, bei pasteurisierter Milch in einem Ausnahmefall auf 12, sonst aber nicht über 5. Es steht dies mit den Angaben von *Weinstein*⁸⁾, *Burstein* und *Frum*¹⁶⁾ und anderen in Einklang, wonach gute pasteurisierte Milch Katalasezahlen über 8 nicht aufweisen soll. Umgekehrt kann jedoch aus einem Katalasewert unter 8 nicht ohne weiteres auf pasteurisierte Milch geschlossen werden, da auch bei Rohmilch die Werte unter 8 liegen können.

Schardinger-Reaktion auf Aldehydreduktase. Wie aus der Tabelle hervorgeht, sind die Entfärbungszeiten von Roh-, dauerpasteurisierter und momentpasteurisierter Milch voneinander nur wenig verschieden und bewegen sich meist innerhalb 5—20 Minuten, mit Ausnahme der momentpasteurisierten Milch der Molkerei B, die eine Entfärbungszeit von über 120 Minuten aufweist. Als Unterscheidungsmethode von Rohmilch und pasteurisierter Milch ist die Schardinger-Reaktion somit nur von beschränktem Wert, da die Werte zu nahe beieinander liegen und sich sogar teilweise überschneiden. Eine deutliche Schädigung der Aldehydreduktase und damit eine starke Verlängerung der Entfärbungszeit tritt erst bei Milch ein, welche über 65° dauererhitzt oder über 80° momenterhitzt worden ist.

Diastase-Probe. Bei allen über 50° erhitzten Milchproben ist die Reaktion negativ ausgefallen; die Diastase-Reaktion in der vorliegenden Ausführung zeigt somit nur an, ob eine Milch über 50° erhitzt worden ist oder nicht. Ordnungsgemäss pasteurisierte Milch soll also stets negative Reaktion (d. h. blaue oder violette Färbung) ergeben. Zwar ist auch in der pasteurisierten Milch noch eine gewisse Menge von Diastase vorhanden (nach Kluge¹¹) weist dauerpasteurisierte Milch z. B. noch ca. $\frac{1}{5}$ der ursprünglich vorhandenen Diastasewirkung auf), jedoch wird diese Menge bei der vorliegenden Ausführung der Reaktion nicht mehr erfasst.

Die *Lactalbumin-Probe* gab folgende Werte, wobei zum Vergleich auch die von Umbrecht und Vogt⁹⁾ angegebenen Zahlen angeführt sind:

	Eigene Versuche	nach Umbrecht u. Vogt
	Mellimeterteilstriche	
Rohmilch	17—29	(15—20)
Dauerpasteurisierte Milch .	3—11	(2—6)
Momentpasteurisierte Milch	0,5—4	—

Unsere Zahlen sind weniger eng begrenzt als diejenigen von Umbrecht und Vogt, zeigen aber sonst befriedigende Uebereinstimmung. Wenn auch die Werte für Roh- resp. pasteurisierte Milch ziemlichen Schwankungen unterworfen sind, so kann doch das Verfahren wertvolle Anhaltspunkte zur Beurteilung des Erhitzungsgrades bieten.

Aufrahmungs-Probe. Die Resultate bestätigten im allgemeinen die bekannte Erscheinung, dass die Aufrahmungsfähigkeit bei Erhitzung von etwa 55—60° an allmählich abnimmt und bei etwa 65° (Dauerpasteurisation) resp. bei etwa 80° (Momentpasteurisation) vollständig aufhört.

Im einzelnen weisen jedoch unsere Werte sowohl für Rohmilch als auch besonders für pasteurisierte Milch recht beträchtliche Schwankungen auf und überschneiden sich sogar teilweise. Immerhin lässt sich aus einer Rahmschicht von über 0,5 cm³ mit ziemlicher Sicherheit auf Rohmilch oder ungenügend erhitzte Milch schliessen, während eine Rahmschicht von unter 0,1 cm³ auf über 63° (Dauerpasteurisierung) resp. über 80° (Momentpasteurisierung) erhitzte Milch hindeutet.

Tabelle I

Nr. *)	Art der Milch	Dauer und Art des Erhitzens	1. Peroxydase- nachweis (Rothenfusser)		2. Katalaseprobe cm ³ Sauerstoff p. 100 cm ³ Milch		3. Aldehydreduktasepr. (Scharfingcr) Entfärbungs- zeit in Minuten		4. Diastase- nachweis		5. Lactalbuminprobe Mellimeter- teilstriche		6. Aufrahmungsprobe Raumschicht in cm ³		7. Reaktion Schern-Gorli	
			1. Tag	2. Tag	1. Tag	2. Tag	1. Tag	2. Tag	1. Tag	2. Tag	1. Tag	2. Tag	1. Tag	2. Tag	1. Tag	2. Tag
			A. Rohmilch													
1	Rohmilch	—	+	+	7	8	9 1/2	11 1/4	+	+			0,5	0,4	+++++	+++++
2	»	—	+		6		6 1/4		+		24		0,95		+++++	
3	»	—	+		12		9 1/2		+		26		0,9		+++++	
4	»	—	+		9		8 1/4		+		24		0,8		+++++	
5	»	—	+	+	6	24	10 3/4	3 1/4	+	+	25	18	0,6	0,35	++++	+++
6	»	—	+		7		8 1/4		+		29		0,65		+++++	
7	»	—	+	+	4	5,5	6 3/4	8 3/4	+	+	26	23	0,95	1,0	+++++	+++++
8	»	—	+	+	10	11	10	8	+	+	20	22	0,9	0,8	++++	++++
9	»	—	+	+	10	35	7 3/4	3 1/4	+	+	17	18	0,85	0,75	++++	+++++
10	»	—	+		13		5 1/4		+		21		0,6		++++	
B. Erhitzte Milch. 1. Im Laboratorium erhitzt																
11a	Erhitzte Milch	30 Minuten auf 50°	+						+						++++	
10a	»	30 Minuten auf 55°	+		10		4 3/4		—		24	18	0,65		++++	
12a	»	30 Minuten auf 58°	+		1	2,5	4 1/2	6	—						++++	+++++
10b	»	30 Minuten auf 60°	+		1		5 1/2		—		15	12	0,4		++++	
12b	»	30 Minuten auf 63°	+		0,5	2	7 1/4	7 1/4	—		10	7			++	++
10c	»	do.	+		0,5				—				0,1		+	
7a	»	do.	+	+	1	4	9 1/2	12 3/4	—	—	3	3	0,35	0,35	+++	++++
10d	»	30 Minuten auf 65°	+		1		15		—		5	3	<0,1		0	0
10e	»	30 Minuten auf 70°	+	+	0	0	58	65	—	—	1	2	<0,1		0	0
10f	»	30 Minuten auf 80°	—	—	0	0	>120	>120	—	—	0	0	<0,1		0	0
7b	»	1/2 Minute auf 80°	—	—	1	5	>60	>60	—	—	<1	<1	<0,1	<0,1	0	0

2. Im Molkereibetrieb pasteurisiert

2a	Pasteurisierte Milch	30 Minuten auf 63° (Molkerei A)	+		0		9		—		11		0,1		+	
13	»	»	+	+	1,5	12	8 ³ / ₄	5	—	—	5	5	<0,1	<0,1	0	0
14	»	»	+	+	0,5	1	17	18	—	—	5	7	0,45	0,4	+	++
15	»	Momenterhitzg. auf 80° (Molkerei A)	+	+	1	5			—	—			0,6	0,25	(+)	+
16	»	»	+	+	1	1	14 ¹ / ₂	21 ¹ / ₂	—	—			0,35	0,25	++	+
2b	»	»	(+)		0		24		—	—	1		<0,1		0	
17	»	»	+	+	1	1	13 ¹ / ₄	11	—	—	3	2	<0,1	<0,1	0	0
18	»	»	+	+	0,5	1	13 ³ / ₄	9 ³ / ₄	—	—	3	2	<0,1	<0,1	0	0
19	»	»	+	+	1,5	2	15 ¹ / ₂	14	—	—	4	4	0,2	0,2	+	+
20	»	»	+	+	1	2,5	19 ¹ / ₄	15 ¹ / ₂	—	—	1	2,5	0,5	0,4	(+)	(+)
21	»	Momenterhitzung (Molkerei B)	—	—	1	1	>120	>120	—	—	1	1	<0,1	<0,1	0	0
22	»	»	—	—	0,5	0	>120	>120	—	—	0,5	1	<0,1	<0,1	0	0

Zahl der Proben

Mittelwerte

10	Rohmilch	—	+	+	4—13	5,5—35	3 ¹ / ₄ —11 ¹ / ₄		+	+	17—29		0,35—1,0		+++ bis +++++
3	Erhitzte Milch	30 Minuten auf 63° (Laboratorium)	+	+	0,5—1	2—4	7 ¹ / ₄ —12 ³ / ₄		—	—	3—10		0,1—0,35		+ bis ++++
3	»	30 Minuten auf 63° (Molkerei)	+	+	0—1,5	1—12	5—18		—	—	5—11		<0,1—0,45		0 bis ++
7	»	Momenterhitzg. auf 80° (Molkerei A)	+	+	0—1,5	1—5	9 ³ / ₄ —24		—	—	1—4		<0,1—0,6		0 bis ++
2	»	Momenterhitzung (Molkerei B)	—	—	0,5—1	0—1	über 120		—	—	0,5—1		<0,1		0

*) Die Zahlen mit Buchstaben verweisen auf die zugehörige Rohmilch.

Der Wert der Methode wird noch dadurch verringert, dass entsprechende Vorbehandlung der Milch, wie starke Unterkühlung, Homogenisierung etc. die Reaktion störend beeinflusst. Erwähnt sei noch, dass sich die Aufrahmungsfähigkeit in vielen Fällen, wie aus der Tabelle hervorgeht, bereits nach 1-tägigem Stehen der Milch im Eiskasten nicht unbeträchtlich verringert.

Die *Schern-Gorli-Reaktion* mit verdünnter Milch bei Zimmertemperatur ergab folgendes: Rohmilch zeigte stets eine stark bis sehr stark positive Reaktion; dauerpasteurisierte Milch ergab entweder eine negative, schwach positive oder vereinzelt auch eine etwas stärker positive Reaktion und momentpasteurisierte meist negative oder nur sehr schwach positive Reaktion. Die Grenze, bei welcher die Reaktion nicht mehr auftritt, liegt bei dauererhitzter Milch etwa bei 65° und bei momenterhitzter Milch um 80° herum. Stark positive Reaktion deutet also sicher auf Rohmilch respektiv ungenügend erhitzte Milch, negative Reaktion sicher auf Erhitzung über 60° hin, falls nicht etwa homogenisierte Milch vorliegt. Richtig pasteurisierte Milch (sowohl dauer- als auch momenterhitzt) kann entweder negative oder schwach positive Reaktion aufweisen.

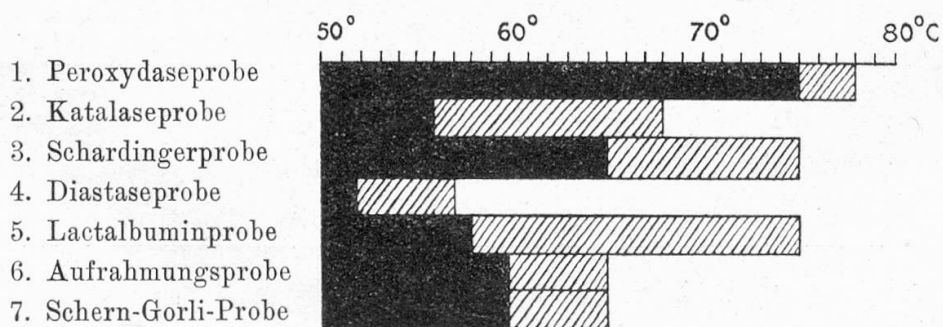
Die Schern-Gorli-Reaktion ergibt also ähnliche Resultate wie die Aufrahmungs-Probe mit verdünnter Milch; das kann nicht verwundern, da die beiden Reaktionen in der Hauptsache mit derselben Erscheinung zusammenhängen, nämlich mit der Störung der Aufrahmungsfähigkeit durch die Erhitzung. Infolgedessen genügt es, nur eine der beiden Reaktionen auszuführen, und zwar geben wir aus Gründen der Einfachheit der modifizierten Schern-Gorli'schen Reaktion den Vorzug.

Gleich wie bei der Aufrahmungsmethode wirkt auch hier starke Unterkühlung, Homogenisierung wie überhaupt starke mechanische Vorbehandlung der Milch störend auf die Reaktion, wodurch der Wert der Methode herabgesetzt wird.

* * *

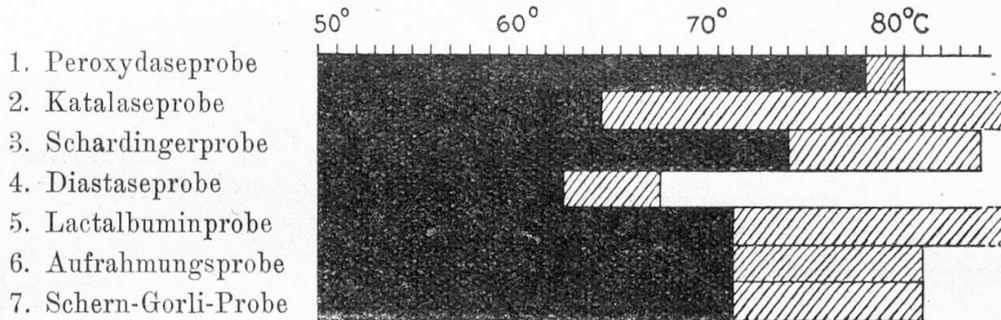
Die beiden folgenden Schemata geben den ungefähren Ausdehnungsbereich der einzelnen Methoden für dauer- und momenterhitzte Milch nach unseren Versuchen wieder. Die schwarzen Teile geben die Zone der stark positiven Reaktion an; in diesen Bereich fallende erhitzte Milch verhält

I. Dauererhitzte Milch.



sich also in Bezug auf die entsprechende Reaktion wie Rohmilch. Die schraffierten Teile geben die Uebergangszone an, wo die Reaktion allmählich schwächer und zuletzt negativ wird. Je kleiner diese Uebergangszone ist, umso schärfer und eindeutiger ist im allgemeinen auch die Reaktion. Aus dieser Darstellung geht deutlich hervor, dass der Ausdehnungsbereich der

II. Momenterhitzte Milch.



einzelnen Methoden bei momenterhitzter Milch infolge der kürzeren Erhitzungsdauer viel grösser ist als bei dauererhitzter Milch. Auf 63° dauererhitzte Milch verhält sich danach ungefähr gleich wie auf 80° momenterhitzte Milch.

Schlussbetrachtung.

Von den oben beschriebenen Methoden zur Beurteilung des Erhitzungsgrades von Milch erscheinen uns die Peroxydase-Probe, die Diastase-Probe, die Schern-Gorli'sche Probe, ferner die Katalase- und die Lactalbumin-Probe in der von uns angeführten Form am geeignetsten.

Der *Gang der Untersuchung* zur Kontrolle von pasteurisierter Milch würde sich also in der Praxis wie folgt gestalten:

Zunächst wird die *Rothenfusser'sche Peroxydase-Probe* ausgeführt. Fällt sie negativ aus, so ist die Milch sicher über 78° dauererhitzt resp. über 80° momenterhitzt. Ob die Erhitzung nur wenig oder viel über 80° betrug, ist nach unseren Methoden meist nicht feststellbar*). Eine weitere Untersuchung ist in diesem Fall also überflüssig.

Ist die Peroxydase-Probe positiv, so sagt dies nur aus, dass die Milch sicher nicht über 80° erhitzt wurde.

Nun wird die *Diastase-Probe* angestellt. Ist sie positiv, d. h. tritt nur eine gelbe oder braune Färbung auf, so ist die Milch entweder überhaupt nicht oder nur ungenügend (unter 55°) erhitzt, oder es liegt eine Mischung von erhitzter Milch mit Rohmilch vor.

Negative Diastase-Reaktion sagt nur aus, dass über 55° erhitzte Milch vorliegt.

In diesem Fall werden zur weiteren Kontrolle die modifizierte Schern-Gorli-, die Katalase- und die Lactalbumin-Probe ausgeführt.

Ist die *Schern-Gorli-Reaktion* stark positiv, d. h. ist ein kräftiger Ring entstanden, so liegt Verdacht auf ungenügende Erhitzung vor.

*) Dagegen lässt sich gekochte Milch ziemlich sicher an ihrem charakteristischen Kochgeschmack erkennen.

Ist sie negativ, so ist die Milch ziemlich sicher über 60° dauererhitzt resp. über ca. 80° momenterhitzt, falls es sich nicht etwa um homogenisierte Milch handelt.

Ist die Reaktion schwach positiv, so ist die Milch sicher nicht über 65° dauererhitzt resp. nicht über 80° momenterhitzt. Es kann also ordnungsgemäss pasteurisierte Milch vorliegen.

Liegt die *Katalasezahl* über 8, so ist Verdacht auf ungenügend erhitzte Milch (unter 58°) vorhanden; es kann sich auch um richtig pasteurisierte, aber nach der Pasteurisation zu lang gelagerte oder von kranken Kühen stammende Milch handeln.

Ergibt sich eine Katalasezahl unter 8, so kann ordnungsgemäss pasteurisierte Milch vorliegen.

Erhält man bei der *Lactalbumin-Probe* Werte über 15 Millimeterteilstriche, so kann mit ziemlicher Sicherheit auf ungenügende Erhitzung (unter ca. 60° bei Dauererhitzung resp. unter 70° bei Momenterhitzung) geschlossen werden.

Fällt die Probe vollständig negativ aus, d. h. ist kein Albumin mehr vorhanden, so handelt es sich um hocheerhitzte (über ca. 70° dauererhitzte resp. über ca. 85° momenterhitzte) Milch.

Mittlere Werte (etwa 2—12 für dauererhitzte und 0,5—5 für momenterhitzte Milch) deuten auf richtige Pasteurisation hin.

Wenn wir also zusammenfassen, welche *Anforderungen an pasteurisierte Milch* bezüglich der oben erwähnten Methoden in der von uns angegebenen Ausführungsform gestellt werden können, so sind es die folgenden:

Ordnungsgemäss pasteurisierte Milch (sowohl dauer- als auch momenterhitzte) soll negative Diastase-Reaktion, keine oder nur schwache Schern-Gorli-Reaktion, eine Katalasezahl unter 8 und eine Lactalbuminzahl unter 15 (für momenterhitzte Milch unter 6) aufweisen.

Es sei jedoch bemerkt, dass obige Anforderungen keine absolute Gewähr für eine richtig durchgeführte Pasteurisation bieten.

Die genannten Verfahren können also wertvolle Anhaltspunkte zur Beurteilung des Erhitzungsgrades der Milch ergeben, reichen jedoch zur sicheren Kontrolle nicht aus. Als Ergänzung können die bakteriologischen Verfahren, wie die Bestimmung der Keimzahl oder die Bestimmung der Coli-Keime, wie es *Wiss*¹⁴⁾ angibt, herangezogen werden.

Eine wesentliche Erleichterung der Kontrolle bestände ferner darin, dass für Pasteurisierapparate selbstregistrierende Schreibthermometer gesetzlich vorgeschrieben würden, deren Aufzeichnungen den Kontrollorganen jederzeit zur Einsicht vorgelegt werden müssten.

Nachtrag.

Nach *Burri**) kommt neuerdings neben der Momentpasteurisation auf 80° die sogenannte *Kurzzeiterhitzung* immer mehr auf, die in einer Erhitzung auf 72—75° während 12—15 Sekunden besteht und wesentliche Vorteile bieten soll.

*) Mündl. Mitteilung.

Um das Verhalten von kurzzeiterhitzter Milch gegenüber unseren Reaktionen zu studieren, wurden noch einige Versuche mit solcher, im Laboratorium selbst hergestellter Milch ausgeführt.

Zu diesem Zweck wurde eine für den Laboratoriumsversuch geeignete Apparatur konstruiert, die in folgendem besteht:

Die auf 50° vorgewärmte Milch fließt von einem hochgestellten Vorratsgefäß durch ein Heberrohr in eine Heizschlange, wird hier auf die gewünschte Temperatur erhitzt, durchfließt dann eine tiefergestellte Kühlschlange und gelangt zuletzt in ein unterstelltes Sammelgefäß. Heiz- und Kühlschlangen bestehen aus dünnwandigem, ca. 3 mm weitem Glasrohr und sind an einem Ende heberartig abgebogen. Die Heizschlange besitzt 8 Windungen von etwa 5 cm Durchmesser und befindet sich in einem entsprechend geheizten Wasserbad; die Kühlschlange wird mit fließendem Wasser gekühlt. Die ganze Apparatur wurde so bemessen, dass die Erhitzungsdauer der Milch d. h. die Durchflusszeit durch die Heizspirale etwa 15 Sekunden betrug. Die Durchflusszeit wird bestimmt, indem man durch kurzes Heben des Heberrohres aus der Milch eine kleine Luftblase eintreten lässt und die Zeit vom Eintritt der Luftblase in die Heizspirale bis zum Austritt aus derselben mittels Stoppuhr misst. Durch Verwendung verschieden langer Heberrohre lässt sich die Durchflussgeschwindigkeit in gewissen Grenzen verändern.

Diese Einrichtung erlaubt, Milch zu pasteurisieren unter ähnlichen Bedingungen, wie sie bei der molkereimässigen Pasteurisierung im Plattenpasteur herrschen. Die Temperatur lässt sich etwa innerhalb 2 Graden konstant erhalten.

Die mit solcher kurzzeiterhitzter Milch erhaltenen Resultate sind in folgender Tabelle (II) wiedergegeben. Gleichzeitig sind auch noch einige, mit Milch von anderer Erhitzungstemperatur und -Dauer erhaltene Resultate angeführt.

Tabelle II

Dauer und Art der Erhitzung der Milch		1. Peroxydase-nachweis (Rothenfusser)		2. Katalase-probe cm ³ Sauerstoff pro 100 cm ³ Milch		3. Aldehydreduktase-probe (Scharldinger) Entfärbungszeit in Minuten		4. Diastase-nachweis		5. Lactalbumin-probe Mellimeter-teilstrieche		6. Aufrahmungs-probe cm ³		7. Reaktion Schern-Gorli	
		Nr. 1	Nr. 2	Nr. 1	Nr. 2	Nr. 1	Nr. 2	Nr. 1	Nr. 2	Nr. 1	Nr. 2	Nr. 1	Nr. 2	Nr. 1	Nr. 2
Rohmilch		+	+	10	8	6 ¹ / ₄	3 ³ / ₄	+	+	18	15	0,6	0,8	+++++	+++++
15 Sek. auf	70°		+		2,5		6		(+)		12		0,7		+++++
	73,5°	+	+	0,5	1	10³/₄	7	-	-	8	7	0,5	0,65	++++	++++
	75°		+		1		6 ³ / ₄		-		5		0,6		+++
	80°	(+)	(+)	0	1	16	8 ¹ / ₂	-	-	2	3	<0,1	<0,1	0	0
	85°		-		0		>120		-		1		<0,1		0
		Nr. 1	Nr. 3	Nr. 1	Nr. 3	Nr. 1	Nr. 3	Nr. 1	Nr. 3	Nr. 1	Nr. 3	Nr. 1	Nr. 3	Nr. 1	Nr. 3
Rohmilch		+	+	10	10,5	6 ¹ / ₄	4 ³ / ₄	+	+	18	20	0,6	0,65	+++++	++++
8 Sek. auf	70°		+		5		7 ¹ / ₄		(+)		21		0,65		++++
	75°	+	+	1	1	10 ¹ / ₂	8 ¹ / ₄	(+)	-	12	16	0,55	0,6	++++	++++
	80°	+	+	0	0	11 ¹ / ₂	10 ¹ / ₂	-	-	7	4	0,45	0,4	++	(+)
	85°	-	-	1	0	25	27	-	-	2	1,5	0,1	<0,1	0	0
	90°		-		1		>120		-		1		<0,1		0

Die kurzzeiterhitzte Milch (15 Sekunden bei 73,5°) zeigt, wie voraussehen war, gegenüber Rohmilch nur geringe Unterschiede. Als zur Beurteilung brauchbare Reaktionen kommen hier eigentlich nur die Katalase-, die Diastase- und die Lactalbumin-Probe in Betracht.

Im übrigen zeigt die Tabelle Verhältnisse, wie wir sie bereits von den früheren Versuchen her kennen, so dass sich eine nähere Besprechung erübrigt.

Zusammenfassung.

Es werden eine Reihe von Methoden zur Feststellung des Erhitzungsgrades der Milch nachgeprüft und teilweise abgeändert, nämlich die Rothenfusser'sche Peroxydase-Probe, die Katalase-Probe, die Schardinger'sche Aldehydreduktase-Probe, der Diastase-Nachweis, die Lactalbumin-Probe, die Aufrahmungs-Probe und endlich die Reaktion Schern-Gorli.

Mit Hilfe dieser Methoden wurde sowohl dauerpasteurisierte als auch momentpasteurisierte Milch untersucht und der ungefähre Ausdehnungsbereich der einzelnen Verfahren festgestellt.

Die genannten Verfahren können wertvolle Anhaltspunkte zur Beurteilung des Erhitzungsgrades der Milch ergeben, reichen jedoch zur sicheren Kontrolle nicht aus.

Literatur.

- 1) *Burri R.*, diese Mitt., **23**, 1 (1932).
- 2) *Hock R.*, Tierärztl. Rundschau, **35**, 561 (1929).
- 3) *Ladani D.*, Bull. soc. chim. Yougoslavie, **2**, 57 (1931); Ref. Chem. Zentralbl. 1932, II, 2556.
- 4) *Buttenberg P.*, Z. U. N. G., **11**, 381 (1906).
- 5) *Strohecker u. Schnerb*, Z. U. L., **65**, 85 (1933).
- 6) *Rothenfusser S.*, Z. U. L., **60**, 94 (1930).
- 7) *Meyer H.*, Münchner Tierärztl. Wochenschrift, **83**, 313, 327 (1932).
- 8) *Weinstein P.*, Z. U. L., **56**, 457 (1928).
- 9) *Umbrecht J. u. Vogt H.*, Süddeutsche Molkerei-Ztg., **54**, 605 (1933).
- 10) *Orla-Jensen*, Le Lait, **9**, 622 ff. (1929); Z. U. L., **63**, 300 (1932).
- 11) *Kluge H.*, Z. U. L., **65**, 71 (1933).
- 12) *Schern u. Gorli*, Le Lait, **12**, 17 (1932); Berl. Tierärztl. Wochenschrift 1930, S. 893.
- 13) *Kohn u. Klemm*, Le Lait, **12**, 19 (1932); Zeitschr. für Infektionskrankheiten der Haustiere, **39**, 82 (1931).
- 14) *Wiss K.*, diese Mitt., **23**, 150 (1932).
- 15) *Jeschki K.*, Milchwirtsch. Forschung, **13**, 508 (1932).
- 16) *Burstein u. Frum*, Z. U. L., **62**, 489 (1931).
- 17) *Bengen M. F.*, Z. U. L., **66**, 126 (1933).