

**Zeitschrift:** Mitteilungen aus dem Gebiete der Lebensmitteluntersuchung und Hygiene = Travaux de chimie alimentaire et d'hygiène  
**Band:** 37 (1946)  
**Heft:** 3-4

**Artikel:** Die Fettgehaltsbestimmung in Magermilch, Buttermilch, Sirte (Molke), Zentrifugenmagersirte und Schotte  
**Autor:** Hostettler, H. / Lehmann, W. / Künzle, Lilly  
**DOI:** <https://doi.org/10.5169/seals-983486>

### **Nutzungsbedingungen**

Die ETH-Bibliothek ist die Anbieterin der digitalisierten Zeitschriften. 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. [Siehe Rechtliche Hinweise.](#)

### **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. [Voir Informations légales.](#)

### **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. [See Legal notice.](#)

**Download PDF:** 19.11.2024

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

# Die Fettgehaltsbestimmung in Magermilch, Buttermilch, Sirte (Molke<sup>\*)</sup>), Zentrifugenmagersirte und Schotte

Von H. Hostettler, W. Lehmann und Lilly Künzle

(Aus der chemischen Abteilung der eidg. milchwirtschaftlichen und bakteriologischen Anstalt Liebefeld)

Die Bestimmung des Fettgehaltes von Magermilch und Zentrifugenmagersirte dient der Kontrolle der Entrahmungsschärfe von Zentrifugen. Der Fettgehalt der Sirte (Molke) steht bei der Käseherstellung in einem gewissen Verhältnis zum Fettgehalt der Kessmilch und kann für die Überwachung des Fabrikationsprozesses von Bedeutung sein. Während der Fettgehalt der Kesssirte (Molke) je nach Käsesorte und Brenntemperatur 10—20 % des Fettgehaltes der Kessmilch ausmacht, kann beim Vorliegen abnormaler Fabrikationsverhältnisse, z.B. bedingt durch die Einlieferung von labträger Milch, dieser Anteil erheblich ansteigen.

\*) Unter dem schriftdeutschen Begriff «Molke» versteht man in der schweizerischen Käsereipraxis verschiedene Stoffe. Die nach der Labgerinnung aus der Gallerte sich abscheidende und nach dem Herausheben des Käsebruches im Käsekessel verbleibende Flüssigkeit bezeichnet der schweizerische Käser als «Sirte» oder als «Kesssirte». Je nach dem, ob Fettkäse, Halbfettkäse oder Magerkäse hergestellt wird, unterscheidet man näher zwischen «Fettsirte», «Halbfettsirte» und «Magersirte». Der Fettgehalt dieser Kesssirten ist in erster Linie abhängig vom Fettgehalt der verarbeiteten Kessmilch. Zur Gewinnung des nach dem Käsungsprozess in der Kesssirte verbleibenden Fettes wird diese durch die Milchzentrifuge geschickt. Die anfallende zentrifugierte Sirte wird als «Zentrifugenmagersirte» bezeichnet. In denjenigen Käsereien, wo noch keine Milchseparatoren installiert sind, wird von altersher die Sirte zur Gewinnung des Fettes im *Vorbruchverfahren* vorgebrochen. Zu diesem Zweck wird die Sirte auf 68 bis 75° C erwärmt und mit ca. 1 % Käsereisauer versetzt. Der bei dieser Behandlung an der Oberfläche auftretende fettreiche Schaum, der «Vorbruch», wird abgeschöpft und zu «Vorbruchbutter» verarbeitet. Die nach dem Abschöpfen des Vorbruches im Käsekessel verbleibende Sirte ist immer noch eiweisshaltig. Zur Gewinnung dieses Milcheiweisses (Milchalbumin) wird neuerdings Sauer zugeschüttet und der Kesselinhalt zum Sieden erhitzt. Der sich abscheidende «Zieger» wird abgeschöpft; die nun vollständig enteiweisste Sirte bezeichnet man als «Schotte» (enteiweisste Molke). Sie gelangt in die Schottenbütte und wird als Schweinefutter entweder an die Milchlieferanten zurückgegeben oder in der dem Käsereibetrieb angeschlossenen Schweinemästerei verwertet. Die in den modernen Dampfkäsereien anfallende und in die Schottenbütte verbrachte «Schotte» ist in der Regel keine enteiweisste Molke, sondern eine durch die Milchzentrifuge geschickte Kesssirte, die dann zur Regulierung der Milchreifungsverhältnisse auf 60 bis 70° C nachgewärmt wird. Das zum Nachspülen der Zentrifuge nachgeschickte Wasser wird ususgemäss mit in die «Schotte» gegeben. Die in der Dampfkäserei anfallende «Schotte» ist somit ihrer Entstehung nach eher als eine mehr oder weniger gewässerte Zentrifugenmagersirte aufzufassen, sofern das in der Kesssirte oder in der Zentrifugenmagersirte noch vorhandene Milchalbumin nicht zur Gewinnung von Zieger durch Zusatz von Säure und Erwärmen ausgeschieden wurde. Der *Käsereisauer* ist durch Milchsäurebakterien angesäuerte, vorher vollständig enteiweisste Sirte («klargeschiedene Schotte»).

## Untersuchungsmethodik

Für die Ermittlung des Fettgehaltes von Magermilch sind die gebräuchlichsten Bestimmungsverfahren:

1. die gewichtsanalytische Methode nach *Röse-Gottlieb*;
2. die azidbutyrometrische Methode mit verschiedenen Butyrometertypen.

Die nach den beiden Verfahren ermittelten Werte weichen stark voneinander ab und bieten vielfach Anlass zu unerfreulichen Diskussionen. Auf die Besonderheiten der beiden Methoden sei deshalb näher eingegangen.

### 1. Die gewichtsanalytische Bestimmung nach *Röse-Gottlieb*

Die in der Anstalt Liebefeld angewendete Analysenvorschrift lautet:

10 cm<sup>3</sup> Magermilch, Buttermilch oder Molke werden in ein ca. 80 cm<sup>3</sup> fassendes Rohr (Fig. 1) eingewogen. Man setzt 1 cm<sup>3</sup> 10%iges Ammoniak und 10 cm<sup>3</sup> 96%igen Alkohol zu. Nach jedem Zusatz mischt man gründlich; die Magermilch löst sich dabei zu einer opaleszierenden Flüssigkeit auf. Darauf werden 15 cm<sup>3</sup> Äther zugesetzt, das Rohr mit einem einwandfreien, mit Wasser benetzten Korkstopfen verschlossen und gut durchgeschüttelt. Hernach folgen 15 cm<sup>3</sup> Petroläther (leichtsiedend bis 60° C), worauf man neuerdings schüttelt und zwei Stunden stehen lässt. Von dem ursprünglich empfohlenen und geübten Zentrifugieren der Röhren in der Gerber'schen Butyrometerzentrifuge zur Klärung der Ätherschicht

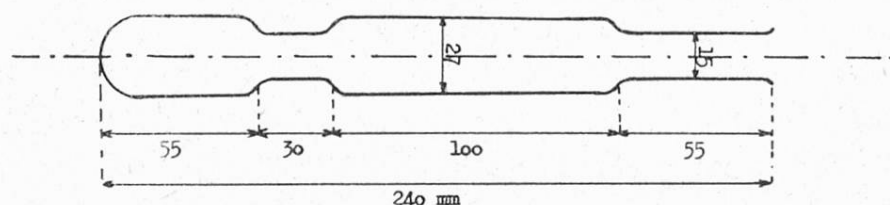


Fig. 1

Röhre für die Fettgehaltsbestimmung nach *Röse-Gottlieb* in Magermilch, Molke und Buttermilch

wurde infolge der stets grossen Bruchgefahr abgegangen. Nach dem Stehen wird die klare Äther-Petrolätherlösung in ein 100 cm<sup>3</sup> fassendes, im Trockenschrank bei 105° getrocknetes und gewogenes Erlenmeyerkölbchen abgehebert, wobei Sorge getragen wird, dass nichts von der wässrigen ammoniakalischen Lösung mitgerissen wird. Hiezu bedienen wir uns mit Vorteil einer Druckhebevorrichtung aus zwei gleich grossen Niveaugefässen, von denen das eine mit Wasser beschickt ist. Die in die Äther-Petrolätherlösung eintauchende Hebevorrichtung wird nach dem Abhebern vorsichtig mit Äther nachgespült. Danach werden neuerdings 10 cm<sup>3</sup> Äther und Petroläther zugegeben, wobei nach jedem Zusatz gründlich geschüttelt wird. Nach einer Stunde Stehenlassen wird wiederum ab-

gehebert und die Extraktion in gleicher Weise ein drittes Mal wiederholt. Nach jedem Abhebern wird der Äther durch Aufstellen der Kölbchen auf eine Heizplatte von 50—60° Temperatur verdunsten gelassen. Auf diese Weise ist es möglich, mit kleinen Kölbchen auszukommen. Nach völligem Verdunsten des Äthers wird der Rückstand bei 103—105° bis zur Gewichtskonstanz getrocknet. Es ist zu empfehlen, dabei immer ein leeres Kölbchen aus demselben Glase als Kontrolle mitzuwägen, um die durch verschiedenen Barometerstand und Feuchtigkeitsgehalt der Luft entstehenden Einflüsse zu eliminieren. Unmittelbar vor dem Wägen sind die Kölbchen *nicht* abzureiben.

Die hier für Magermilch, Molke und Buttermilch angegebene Untersuchungsmethode unterscheidet sich nur insofern von der für Milch und Rahm<sup>1)</sup> geltenden amtlichen Vorschrift, als für die Extraktion kleinere Äthermengen verwendet werden. Die relative Genauigkeit ist, wie weiter unten gezeigt wird, bei beiden Verfahren gleich. Die dreimalige Extraktion wird dem einmaligen Extrahieren und Abhebern eines aliquoten Teiles der gemessenen Äther-Petrolätherlösung vorgezogen.

Die Methode von *Röse-Gottlieb* wird ziemlich allgemein angewendet<sup>2)3)4)5)</sup>. Sie gilt als die Grundlage für die Fettgehaltsbestimmung in Milch, Rahm, Magermilch, Molke, Buttermilch usw. Sie ist allerdings in der praktischen Ausführung nicht standardisiert, und in den verschiedenen Ländern werden die Analysen in den verschiedensten Abweichungen ausgeführt, was oft nicht unerhebliche Unterschiede in den Analyseergebnissen bewirkt. Nach *A. L. Stigen*<sup>6)</sup> wird in Schweden für die Fettgehaltsbestimmung in Magermilch nur einmal mit 25 cm<sup>3</sup> Äther und 25 cm<sup>3</sup> Petroläther extrahiert; in Finnland extrahiert man zweimal, in Norwegen dreimal. Das Methodenbuch der deutschen landwirtschaftlichen Untersuchungsanstalten<sup>7)</sup> sieht lediglich ein einmaliges Ausschütteln mit je 25 cm<sup>3</sup> Äther und Petroläther und hernach zweimaliges Nachspülen mit 25 cm<sup>3</sup> Äther vor. In Amerika ist die Methode von *Röse-Gottlieb* als offizielle Methode genau umschrieben<sup>8)</sup>.

Die Arbeitsvorschrift lautet folgendermassen:

10 g der Probe werden in eine Röhrig-Röhre oder einen ähnlichen Apparat verbracht. Füge 1,25 cm<sup>3</sup> NH<sub>4</sub>OH zu (2 cm<sup>3</sup>, wenn die Probe sauer ist) und mische gründlich. Gebe 10 cm<sup>3</sup> 95%igen Alkohol dazu und mische wiederum. Setze 25 cm<sup>3</sup> Äther zu und schüttele kräftig während 30 Sekunden, dann ebenso 25 cm<sup>3</sup> Petroläther (langsam redestilliert bei einer Temperatur unter 65°) und schüttele wiederum während 30 Sekunden. Lasse 20 Minuten stehen, oder so lange, bis die obere Schicht praktisch klar ist. Ziehe soviel als möglich von der Äther-Petrolätherlösung durch ein rasch filtrierendes Filter in einen Kolben ab (0,5—0,8 cm<sup>3</sup> sollen zurückbleiben). Extrahiere die in der Röhre zurückbleibende Flüssigkeit erneut, diesmal mit 15 cm<sup>3</sup> von jeder Äthersorte. Schüttele nach jedem Zusatz 30 Sekunden kräftig, hernach lasse setzen. Ziehe die klare Lösung wiederum durch das Filter in denselben Kolben ab. Wasche den Stopfen, den Trichter und



das Filter mit wenigen cm<sup>3</sup> einer wasserfreien Äther-Petroläthermischung. Zur Sicherung einer vollständigen Entfernung des Fettes schüttele ein drittes Mal aus. Diese dritte Extraktion enthält weniger als 1 mg Fett, wenn die vorhergehenden Fraktionen ganz exakt abgezogen wurden. Füge eine Glasscherbe zum Äther im Kolben und verdampfe vorsichtig auf einem Dampfbad. Trockne das Fett im Trockenschrank bei 100° bis zur Gewichtskonstanz. Wäge den Kolben mit einem gleichen Blindkolben als Gegengewicht. Wische die Kolben unmittelbar vor dem Wägen nicht ab. Entferne das Fett vollständig durch Herauslösen mit Petroläther. Ziehe das Gewicht des wiederum getrockneten Kolbens mit dem Rückstand vom Kolbengewicht mit Rohfett ab; die Differenz gilt als Fett. Korrigiere diesen Wert durch den mit den Reagenzien in gleicher Weise erzielten Blindwert.

Das bei der gewichtsanalytischen Extraktionsmethode gewogene Fett ist nicht reines Fett. Von *Pien* und *Maurice*<sup>3)</sup> wurden bei der Analyse des aus einer Magermilch nach der Methode von *Röse-Gottlieb* extrahierten Fettes als Beimengungen Milchzucker, Kasein, Chlor, Spuren von Kalk und Lezithin nachgewiesen.

*Gesamtfett* (Rohfett): 2,74 g im Liter.

<i>Beimengungen:</i> Laktose	0,015 g im Liter
Stickstoff (als Kasein)	0,075 g » »
Chlor	0,006 g » »
Lezithin	0,214 g » »
Summe	<u>0,310 g im Liter</u>

*Berechnetes Reinfett:* 2,430 g im Liter.

Nach *Chapman*<sup>9)</sup> beträgt der Lezithingehalt von Milcherzeugnissen (Tab. 1):

*Tabelle 1*

	% Lezithin in der Gesamtflüssigkeit			% Lezithin im extrahierten Fett
	niedrig	hoch	mittel	
Milch	0,0345	0,0709	0,0447	1,6
Rahm	0,1824	0,2155 *	0,1981	0,43
Magermilch	0,0082	0,0290	0,0165	10,78
Buttermilch	0,1036	0,1480	0,1302	20,25

Neuere Untersuchungen liegen vor von *Holm* und Mitarbeitern<sup>10)11)</sup>. *Burdet-Heinemann*<sup>12)</sup> konnte zeigen, dass mit abnehmendem Fettgehalt der Magermilch der Lezithingehalt im extrahierten Fett ansteigt. In einer Magermilch mit 0,540 % Fett betrug der Anteil Lezithin im extrahierten Fett 17,25 %, in einer solchen mit 0,192 % Fett der Lezithingehalt entsprechend 25,40 %. Bei noch niedrigerem

Fettgehalt der Magermilch ist der Lezithinanteil im extrahierten Fett noch grösser. Der bei der Extraktion nach *Röse-Gottlieb* durch die Phosphatide hervorgerufene Fehler ist bei niedrigem Fettgehalt relativ grösser als bei höherem. Nach *Stigen*<sup>6)</sup> macht bei einem nach *Röse-Gottlieb* ermittelten Fettgehalt von 0,028 % der Anteil der Phosphatide 0,014 % (= 50 % des «Gesamtfettes») aus. Der Rest würde sich auf Spuren von Kasein, Milchzucker, Chloride und Fett verteilen. *P. Jax*<sup>13)</sup> ermittelte im Fett der Magermilch gut entrahmender Separatoren folgende Lezithingehalte auf Grund der vorgenommenen Phosphorbestimmung:

Fettgehalt nach <i>Röse-Gottlieb</i>	Lezithin	Lezithin im extrahierten Fett
0,038 %	0,0197 %	51,8 %
0,048 %	0,0205 %	42,7 %
0,043 %	0,0227 %	52,8 %
0,050 %	0,0209 %	41,8 %

*Jax* zog daraus den Schluss, dass die nach der azidbutyrometrischen Methode gewonnenen Werte die richtigen, die nach der Extraktionsmethode erzielten Ergebnisse dagegen zu hoch und daher falsch seien. Zur Stütze dieser Behauptung zählte *Jax* in einem bestimmten Magermilchvolumen die Fettkügelchen und mass ihren Durchmesser. Aus dem Kugelvolumen, multipliziert mit der Zahl der Fettkügelchen, wurde unter Berücksichtigung der Dichte des Fettes der Fettgehalt berechnet. Die auf diese Weise ermittelten Fettgehalte zeigten eine wesentlich bessere Übereinstimmung mit den azidbutyrometrisch nach *Gerber* bestimmten, als mit den nach der *Röse-Gottlieb*-Extraktionsmethode bestimmten Werten.

Auch *Sandelin* (Finnland)<sup>14)</sup> empfiehlt zur Beurteilung der Entrahmungsschärfe das mikroskopische Zählen der Fettkügelchen. Nach seinen Untersuchungen gehen bei der Entrahmung 99 % der Fettkügelchen, deren Durchmesser 1  $\mu$  überschreitet, in den Rahm über, während die kleineren in der Magermilch bleiben. Da die Zahl der Fettkügelchen von 1 bis 2  $\mu$  Grösse noch gross und das Auszählen zeitraubend ist, hält *Sandelin* die Zählung der Kügelchen von 2  $\mu$  Durchmesser und darüber als hinreichend, um ein klares Bild von der Entrahmungsschärfe eines Separators zu erhalten. Um diese anzugeben, soll lediglich berechnet werden, wieviel Fett die 2  $\mu$  grossen und grösseren Fettkügelchen enthalten. Die Entrahmungsschärfe wird für gut gehalten, wenn in ihnen höchstens 0,0010 Gewichtsprocente, und befriedigend, wenn darin 0,0011 bis 0,0014 % Fett enthalten sind. Eine erfahrene Person soll allein durch Beobachtung des mikroskopischen Bildes — also ohne die Fettkügelchen zu zählen — schliessen können, wie ein Separator abgerahmt hat. *Sandelin* fand, dass die *Röse-Gottlieb*-Werte 0,03 bis 0,08 % höher ausfielen als die mikroskopisch ermittelten. Er erachtet die letzteren als richtig mit der Begründung, dass bei der Extraktion nach *Röse-Gottlieb* nicht allein das Fett, sondern auch die Phosphatide mitextrahiert werden. Auch zieht er die Leukozyten der Milch, wenn sie in grösserer Menge vor-

handen sind, als Lieferanten von Fettkügelchen und hauptsächlich Phosphatiden in Betracht.

Zu den von *Jax* und *Sandelin* gezogenen Schlussfolgerungen ist zu bemerken, dass bei der Messung des Durchmessers der Fettkügelchen auch die aus Nichtfett bestehende Hülle mitgemessen wird. Vermutlich findet sich ein Teil der Phosphatide im Fett gelöst, ein anderer Teil ist in der Grenzfläche Fettkügelchen-Milchplasma angereichert und ist wahrscheinlich ebenfalls mit der Kügelchenhülle verbunden. Hiefür spricht die Anreicherung des Lezithins im Rahm und in der Buttermilch. Das im Mikroskop sichtbare Fettkügelchen ist somit keineswegs homogen aufgebaut, und das aus seinem Durchmesser errechnete Kugelvolumen kann nicht als Reinfett in Rechnung gesetzt werden. Der nach dieser Methode bestimmte Fettgehalt basiert sowenig auf Reinfett als der nach der Extraktionsmethode ermittelte. Die grosse Unsicherheit des mikroskopischen Verfahrens erhellt auch daraus, dass die von *Jax* und von *Sandelin* ermittelten Werte sehr grosse Unterschiede aufweisen. Nach *Jax* würde — entsprechend einem Fettgehalt von 0,058 % nach *Röse-Gottlieb* und einem solchen von 0,02 % nach *Gerber* — ein nach der mikroskopischen Zählung ermittelter Wert von 0,018 % als Mass für eine gute Leistung gelten. *Sandelin* dagegen setzt 0,0010 % für eine gute und 0,0011—0,0014 % für eine genügende Leistung ein. Der Einwand, dass die Leukozyten der Milch als Lieferanten beachtenswerter Mengen Fett und Phosphatide in Betracht fallen und die Fettgehaltsbestimmung in Magermilch beeinflussen, lässt sich kaum ernsthaft aufrecht erhalten, wenn man bedenkt, dass bei der Zentrifugierung der Milch die Leukozyten (weisse Blutkörperchen) mit anderen Zellen, Kotfragmenten, Futterteilchen, Haaren, Fasern, Sandkörnchen, Teilen von Insekten und überhaupt allem, was im Stallstaub vorkommen kann, in den Zentrifugenschlamm wandern (*W. Grimmer* und *G. Schwarz*<sup>15</sup>)).

Auch die von *Jax* getroffene Annahme, dass bei der Fettgehaltsbestimmung nach *Gerber*, vermutlich durch die Einwirkung der Schwefelsäure und die hohe Temperatur, das Lezithin zerstört werde, trifft nicht ganz zu. In bei der Schwefelsäuremethode aus Magermilch abgeschiedenem Fett vermochten wir immer noch offenbar von Lezithin herrührenden Phosphor nachzuweisen.

Wir gingen dabei so vor, dass wir mit Magermilch, Buttermilch und Molke in 12 gewöhnlichen Milchbutyrometern nach bekannter Art Proben zur Milchfettbestimmung ansetzten. Nach dem Auszentrifugieren des Fettes wurde die Butyrometerkapillare durch Hineintreiben des Verschlussstopfens vollständig mit Flüssigkeit gefüllt, so dass das ausgeschiedene Fett oben in der Kapillare zu stehen kam. Beim Abkühlen blieb das Fett nun dort hängen. Die Butyrometer wurden entleert, vorsichtig mit dest. Wasser und unter Verwendung eines geeigneten Wischers vollständig ausgespült, wobei Sorge getragen wurde, das Fett nicht mitzureissen. Dieses wurde hernach mit Äther herausgelöst, in einen Erlenmeyerkolben verbracht und bis zur Gewichtskonstanz bei 105° getrocknet. Das so gewonnene Rohfett wurde mit Petroläther gelöst, die Lösung in einen gewogenen Kjeldahlkolben verbracht, der Petroläther abdestilliert, der Rückstand bis zur



Gewichtskonstanz getrocknet und in dem auf diese Weise gereinigten Fett nach Veraschen der Phosphorgehalt bestimmt und auf Lezithin umgerechnet. Der Lezithinanteil betrug in Prozenten des Butyrometerfettes:

Magermilchfett	4,1	‰
Buttermilchfett	0,2	‰
Molkenfett	0,04	‰

Nach den Untersuchungen von *M. Siegfeld*<sup>16)</sup> und *G. Roeder*<sup>17)</sup> ist das im Butyrometer abgeschiedene Fett kein reines Fett, sondern enthält entsprechend der Untersuchungstechnik Ester und freie Fettsäuren. Nach den eingehenden Studien von *G. Roeder* über das Butyrometerfett wird das Milchfett von der Schwefelsäure angegriffen, wobei ein Teil desselben von der Säure aufgenommen wird; es wird somit weniger Fett abgeschieden, als ursprünglich eingebracht wurde, und zwar relativ um so weniger, je weniger Fett an sich im Vergleich zur Schwefelsäuremenge vorliegt. Auch der Amylalkohol wird angegriffen; Teile oder auch Reaktionsprodukte desselben vermögen in das Fett überzugehen. Für die Menge dieser letzteren ist wiederum das Mengenverhältnis zwischen Fett, Schwefelsäure und insgesamt vorhandenem Amylalkohol massgebend. Es erhellt daraus ohne weiteres, dass diese Verhältnisse gerade für die azidbutyrometrische Fettgehaltsbestimmung in Magermilch besonders extrem und somit ungünstig liegen. Hierin ist die Ursache für die bei der Schwefelsäuremethode nach *Gerber* festgestellten Abweichungen des Fettgehaltes von Magermilch gegenüber den bei der Extraktionsmethode nach *Röse-Gottlieb* ermittelten Werten zu suchen. Wir ziehen daraus den Schluss, dass die gewichtsanalytische Extraktionsmethode nach wie vor die sicherste Grundlage der Fettgehaltsbestimmung in Magermilch, Molke und Buttermilch ist. Zu der gleichen Auffassung gelangten auf Grund eingehender Untersuchungen auch *Schwarz* und *Hagemann*<sup>5)</sup>, *Schwarz*, *Hagemann* und *Mumm*<sup>18)</sup>, *A. L. Stigen*<sup>6)</sup>, *H. Hautog*<sup>19)</sup>, *Rauch* und *Schloemer*<sup>20)</sup>. Die letzteren verglichen das *Röse-Gottlieb*-Verfahren mit der Methode von *J. Grossfeld*<sup>21)</sup>, ein mit Säureaufschluss und bestimmter Lösungsmittelmenge arbeitendes Verfahren, das neuerdings eine Neubearbeitung durch *B. Semerdjiew*<sup>22)</sup> erfuhr. Die beiden quantitativen Methoden lieferten übereinstimmende Ergebnisse, dagegen zeigen die butyrometrischen Werte erhebliche Abweichungen.

#### *Ergänzende Untersuchungen über die Extraktionsmethode nach Röse-Gottlieb*

##### *a) Art der Extraktionsröhren*

Es ist vorteilhaft, den Aufschluss und die Extraktion in ein und demselben Gefäß vorzunehmen. Hiezu eignen sich sowohl die Röhre nach *Farnsteiner*, die *Röhrig'sche* Röhre oder die gebogene *Rieterröhre*<sup>2)</sup>. Diese drei eignen sich besonders dann, wenn aliquote Teile der Äther-Petrolätherlösung abgehoben werden sollen; sie können aber auch für die erschöpfende Extraktion verwendet werden.



Die in der Anstalt Liebefeld verwendete, weiter oben beschriebene Röhre besitzt den Vorteil grösserer Handlichkeit. Vergleichende Untersuchungen mit der Liebefelder Röhre und der Rieterröhre ergaben (Tabelle 2):

Tabelle 2

Probe Nr.	Liebefelder-Röhre			Rietter-Röhre		
	Anzahl Extraktionen			Anzahl Extraktionen		
	1	2	3	1	2	3
1	0,032	0,032	0,032	0,023	0,032	0,032
2	0,066	0,068	0,068	0,069	0,074	0,074
3	0,057	0,067	0,070	0,064	0,074	0,075
4	0,121	0,122	0,128	0,127	0,153	0,159
5	0,126	0,133	0,136	0,130	0,148	0,154
6	0,138	0,155	0,159	0,135	0,204	0,263
7	0,343	0,367	0,370	0,373	0,396	0,402

Die Extraktion in der Rieterröhre ergibt in der Regel höhere Werte als die in der Liebefelder Röhre. In der letzteren vorgenommene Doppelbestimmungen zeigen wesentlich bessere Übereinstimmung als solche der Rieterröhre. Die Ursache für diese Tatsache liegt darin, dass bei der Rieterröhre die Äther-Petrolätherlösung von Hand durch ein am oberen Ende angeschmolzenes Seitenrohr abgegossen wird. Das manuelle Arbeiten führt zu einem Aufwirbeln der ammoniakalischen Lösung oder zum Loslösen von an der Glaswand haftenden Flüssigkeitstropfen, die dann beim Abgiessen der ätherischen Fettlösung mitgerissen werden. In der Liebefelder Röhre erfolgt das Abheben der Äther-Petrolätherschicht mit einem Druckheber; das Mitreissen von Teilen der Aufschlusslösung ist weitgehend verhindert.

*b) Wie oft ist zu extrahieren?*

Die Untersuchungen zeigen ferner, dass für die Erzielung möglichst genauer Zahlen ein dreimaliges Extrahieren nötig ist. Will man sich mit Annäherungswerten zufrieden geben, so genügt einmaliges oder zweimaliges Extrahieren. Setzen wir den bei dreimaligem Extrahieren in der Liebefelder Röhre erzielten Wert gleich 100, so waren bei zweimaligem Extrahieren bei Magermilchen mit Fettgehalten von 0,032—0,370 % 95,3—100 % des vorhandenen Fettes erfasst. Würde man nicht, wie in der Arbeitsvorschrift angegeben, mit reduzierten Äthermengen, sondern nach der für Vollmilch und Rahm geltenden Vorschrift mit je 25 cm<sup>3</sup> Äther und Petroläther arbeiten, so würden auch bei fettreicherer Magermilch mit zweimaligem Extrahieren nahezu 100 % des vorhandenen Fettes erfasst sein.

c) *Vollständige Extraktion oder Abhebern eines aliquoten Teiles der ätherischen Fettlösung?*

Gegenüber dem mehrmaligen Extrahieren empfiehlt das Deutsche Methodenbuch<sup>7)</sup> lediglich einmaliges Extrahieren und nach dem ersten Abhebern der Fettlösung lediglich zweimaliges Nachspülen mit Äther ohne erneutes Schütteln. Diese auf *Huyge*<sup>23)</sup> und *Echloff* und *Grimmer*<sup>24)</sup> zurückgehende Vorschrift führt nicht zu einem vollständigen Erfassen des Fettes.

Auch mit dem Abhebern eines aliquoten Teiles der Äther-Petrolätherlösung und der Umrechnung der darin vorgefundenen Fettmenge auf die gesamte ätherische Fettlösung ergaben sich für uns befriedigende Resultate. Die von *Stigen*<sup>6)</sup> empfohlene «Semi-Methode» für die Bestimmung des Fettgehaltes in Magermilch und Buttermilch geht auf diese Arbeitsweise hinaus. Beim Vergleich dieser Methode mit derjenigen nach dem Deutschen Methodenbuch<sup>7)</sup> (einmaliges Extrahieren und Nachspülen mit Äther) stellte *Stigen* bei Doppelanalysen nach seiner Methode bessere Übereinstimmung fest als nach *Röse-Gottlieb*. Eine Untersuchung der Gewichtsvariationen der Blindkolben ergab, dass die bessere Übereinstimmung zwischen den Doppelanalysen der Methode *Stigen* fast ausschliesslich durch die Verwendung kleinerer Kolben (50 cm<sup>3</sup>- gegenüber 200 cm<sup>3</sup>-Kolben bei der *Röse-Gottlieb*-Methode) verursacht ist. *Schwarz*, *Hagemann* und *Mumm*<sup>18)</sup> erachten die *Röse-Gottlieb*-Methode als ebenso genau wie die Methode nach *Stigen*.

d) *Beseitigung von sich beim Ausschütteln mit Äther und Petroläther bildenden Emulsionen und Gallerten*

Beim Ausschütteln des ammoniakalischen Aufschlusses mit Äther und Petroläther kommt es gelegentlich zur Bildung von Emulsionen und Gallerten, die oft ausserordentlich beständig sind und auch bei mehr als 12stündigem Stehen bestehen bleiben. Besonders leicht bilden sich sehr viskose Emulsionen bei der Fettgehaltsbestimmung von Zentrifugenmagersirten und Schotten und wenn mit reduzierten Äthermengen gearbeitet wird. Wird mit den grösseren Äthermengen der Arbeitsvorschrift des Lebensmittelbuches oder der amerikanischen Methode extrahiert, so erfolgt die Bildung der Emulsion vorzugsweise beim zweiten Ausschütteln mit Äther und Petroläther. Hat sich die Emulsion einmal gebildet, so ist mit dem nachträglichen Zusatz von Äther und Petroläther meist nicht viel zu erreichen. Dagegen kann die Emulsion sicher zerstört werden, wenn man nochmals 5—10 cm<sup>3</sup> Alkohol zusetzt und durch mehrmaliges Stürzen des Rohres (nicht schütteln) mischt.

e) *Der Vergleich verschiedener Bestimmungsmethoden miteinander*

Der in Liebefeld angewendeten Methode steht die offizielle amerikanische Analysenvorschrift am nächsten<sup>8)</sup>. Der Unterschied besteht lediglich darin, dass nach der amerikanischen Vorschrift nach dem Ausschütteln mit Äther und Petroläther nur 20 Minuten für die Klärung der ätherischen Fettlösung gewartet

wird und dass diese beim Abhebern ausserdem noch durch ein kleines Filter filtriert wird. Das nach dem Verdunsten des Äthers zurückbleibende getrocknete und gewogene Rohfett wird nochmals mit reinem Petroläther aufgenommen, das gelöste Reinfett entfernt und der Kolben neuerdings getrocknet und gewogen. Die Differenz: (Kolbengewicht + Rohfett) — (Kolbengewicht + Rückstand) gilt als Fett.

Untersuchungen über die Reinheit des nach der amtlichen Vorschrift des schweizerischen Lebensmittelbuches<sup>1)</sup> und nach der beschriebenen Liebefelder Methode gewonnenen Fettes zeigten, dass dieses nach dem Trocknen in reinem Petroläther vollständig löslich ist und von diesem ohne jeden Rückstand aufgenommen wird.

Es erschien uns im weiteren wünschenswert, die relative Genauigkeit folgender vier Methoden zu ermitteln:

- I. Amtliche Vorschrift nach dem schweizerischen Lebensmittelbuch.
- II. Liebefelder Methode mit reduzierten Äthermengen.
- III. Amerikanische Arbeitsvorschrift.
- IV. Extraktion mit Petroläther allein.

Die Extraktion mit Petroläther allein erfolgte im Anschluss an die Ausführungen von *Sandelin*<sup>14)</sup> über die Magermilchfettbestimmung, wonach die Extraktion des ammoniakalischen Aufschlusses nach diesem Verfahren zu einer genauen Gehaltsbestimmung führe, indem durch den Petroläther nur das Fett, jedoch nicht die Phosphatide aufgenommen würden. Für die Beurteilung der Entrahmungsschärfe einer Zentrifuge soll neben der mikroskopischen Auszählung der Fettkügelchen allein die Petrolätherextraktion Geltung haben.

Zur Untersuchung gelangten Buttermilch, Magermilch, Schotte und Zentrifugenmagersirte. Die Analyse erfolgte in 6facher Ausführung und aus den Einzelergebnissen wurde der Mittelwert ermittelt. Aus den Abweichungen ( $v$ ) der Einzelbestimmungen vom Mittelwert wurde der mittlere Fehler des Mittelwertes ( $m$ ), der Doppelbestimmung ( $m_2$ ) und der Einzelbestimmung ( $\sigma$ ) in bekannter Weise nach folgenden Formeln berechnet und in Prozenten des gefundenen Fettgehaltes wiedergegeben (Tabelle 3):

$$\sigma = \pm \sqrt{\frac{\sum v^2}{n-1}}$$

$$m = \pm \sqrt{\frac{\sum v^2}{n(n-1)}} = \frac{\sigma}{\sqrt{n}}$$

$$m_2 = \pm \frac{\sigma}{\sqrt{2}}$$

$v^2$  = Quadrat der Abweichung des Einzelwertes vom Mittel  
 $n$  = Anzahl der Einzelbeobachtungen



In dem nach den vier Methoden erhaltenen Fett wurde zudem noch der Lezithingehalt bestimmt. Zu diesem Zweck wurde das bis zur Gewichtskonstanz getrocknete Fett mit Petroläther aufgenommen, die Auszüge von drei Einzelbestimmungen in einem gewogenen Kjeldahlkolben vereinigt, der Petroläther abdestilliert und der Rückstand neuerdings bis zur Gewichtskonstanz getrocknet. Zur Bestimmung des Lipoidphosphors nach *Krainick*<sup>25)</sup> wurde das Fett im Schwefelsäure-Wasserstoffperoxydaufschluss verascht und der in anorganische Phosphorsäure umgewandelte Phosphor im Pulfrich-Photometer als Molybdänblau kolorimetrisch bestimmt<sup>26)</sup>. Durch Multiplikation des Phosphorwertes mit dem Faktor 24,94 wurde auf Lezithin umgerechnet und der Wert in Prozenten des extrahierten Fettes in Tabelle 3 eingesetzt.

Nach den in Tabelle 3 zusammengestellten Werten weisen die Methoden I und II annähernd die gleiche relative Genauigkeit auf. Die beiden Methoden sind somit einander gleichwertig.

Die weitaus geringste Schwankungsbreite und grösste relative Genauigkeit zeigt die amerikanische Arbeitsvorschrift. Es ist dies offenbar darauf zurückzuführen, dass beim Filtrieren der abgeheberten ätherischen Fettlösung allfällig mitgerissene Bestandteile aus der ammoniakalisch-wässrigen Phase auf dem Filter zurückbleiben oder bei dem nachträglichen Wiederaufnehmen des getrockneten Rohfettes mit reinem Petroläther im Kolben zurückbleiben. Die nach den Methoden I, II und III ermittelten Fettgehalte stimmen weitgehend überein. Auch der Lezithingehalt des nach diesen drei Methoden extrahierten Fettes zeigt weitgehende Übereinstimmung.

Sehr abweichende Werte werden bei der Extraktion mit Petroläther allein erhalten. Die nach diesem Extraktionsverfahren erhaltenen Fettgehalte sind regelmässig bedeutend niedriger als die nach den Methoden I, II und III ermittelten. Es liegt dies nicht etwa daran, dass bei der Methode IV nur das reine Fett ohne Phosphatide extrahiert wird; der Lezithingehalt liegt vielfach sogar höher als im Äther-Petroläther-Fett. Die Ergebnisse lassen vielmehr erkennen, dass bei der Extraktion mit Petroläther allein nicht alles Fett erfasst wird.

*f) Die an einer grösseren Anzahl von Magermilch- und Zentrifugenmagersirtenproben nach der Methode II ermittelten Fettgehalte*

Die niedrigsten Fettgehalte bei zur Untersuchung an unsere Anstalt eingeschickten Magermilchproben gehen auf 0,03 % herab. Für die Beurteilung einer guten Kraftzentrifuge kann ein Fettgehalt der Magermilch von 0,05—0,06 % als Maßstab für eine gute, 0,07 % für eine genügende und 0,08 % für eine ungenügende Leistung gelten. Diese Ansätze decken sich mit denjenigen ausländischer Autoren<sup>5)6)18)19)20)</sup>. Von 56 untersuchten Magermilchproben wiesen 4 Proben (= 7,1 %) einen Fettgehalt unter 0,05 %, 32 Proben (= 57,2 %) einen solchen von 0,05—0,07 % und 20 Proben (= 35,7 %) einen Fettgehalt von 0,08 % und darüber auf. Daraus geht die Notwendigkeit der vermehrten Kontrolle



Tabelle 3

untersuchtes Material	Methode	Fettgehalt %			mittlerer Fehler in % des ermittelten Fettgehaltes			Lezithin-gehalt in % des extra-hierten Fettes
		Mittelwert	höchster Wert	niedrigst. Wert	m	m <sub>2</sub>	σ	
Buttermilch, sauer	I.	0,36	0,39	0,32	± 2,82	± 5,0	± 7,1	10,7
	II.	0,31	0,33	0,28	2,6	4,5	6,3	11,5
	III.	0,34	0,35	0,32	1,3	2,3	3,2	9,5
	IV.	0,06	0,08	0,05	6,8	11,7	16,6	6,8
Buttermilch, süß	I.	0,47	0,49	0,45	1,5	2,6	3,6	21,2
	II.	0,48	0,50	0,46	1,2	2,1	2,9	18,4
	III.	0,48	0,49	0,46	1,1	1,9	2,7	17,7
	IV.	0,15	0,18	0,13	5,3	9,2	13,0	12,4
Magermilch	II.	0,093	0,098	0,086	2,1	3,8	5,3	9,95
	III.	0,101	0,103	0,099	0,7	1,2	1,7	8,8
	IV.	0,031	0,038	0,027	7,0	11,0	15,6	18,8
Magermilch	I.	0,068	0,075	0,063	3,2	5,6	7,9	13,5
	II.	0,067	0,073	0,062	2,8	4,8	6,8	14,3
	III.	0,069	0,070	0,066	0,9	1,6	2,3	12,3
	IV.	0,023	0,025	0,020	3,5	6,0	8,5	18,9
Schotte	I.	0,123	0,13	0,11	2,7	4,7	6,6	6,5
	II.	0,115	0,13	0,10	4,3	7,4	10,4	6,3
	III.	0,135	0,14	0,13	1,7	2,9	4,1	3,5
	IV.	0,034	0,047	0,018	13,7	22,8	32,3	3,8
Zentrifugen-magersirte	I.	0,033	0,041	0,029	6,1	10,6	15,1	15,5
	II.	0,040	0,052	0,035	9,1	15,8	22,3	13,7
	III.	0,047	0,055	0,046	3,2	5,6	7,9	14,6
	IV.	0,005	0,007	0,003	13,2	22,8	32,2	29,5

- I. Röse-Gottlieb-Methode nach amtlicher Vorschrift des schweizerischen Lebensmittelbuches.  
 II. Röse-Gottlieb-Methode mit reduzierten Äthermengen.  
 III. Röse-Gottlieb-Methode nach der amerikanischen Arbeitsvorschrift.  
 IV. Extraktion mit Petroläther allein.

m = mittlerer Fehler des Mittelwertes von 6 Analysen.  
 m<sub>2</sub> = mittlerer Fehler der Doppelbestimmung.  
 σ = mittlerer Fehler der Einzelbestimmung.

der Entrahmungsschärfe der Zentrifugen eindeutig hervor. 21 untersuchte Zentrifugenmagersirtenproben wiesen einen mittleren Fettgehalt von 0,047 % auf; 3 von diesen Proben (14,3 %) zeigten einen Fettgehalt über 0,05 %. 36 untersuchte Schottenproben ergaben einen mittleren Fettgehalt von 0,048 %; 9 Proben (= 25 % der untersuchten Proben) wiesen mehr als 0,05 % Fett auf. Für die Beurteilung der Entrahmungsschärfe einer Kraftzentrifuge kann demnach ein Fettgehalt von 0,05 % bei Zentrifugenmagersirte und Schotte als genügend bezeichnet werden.

## 2. Die azidbutyrometrische Fettgehaltsbestimmung nach Gerber

In manchen milchwirtschaftlichen Kontroll-Laboratorien lässt sich die Extraktionsmethode nach *Röse-Gottlieb* nicht anwenden, und es besteht das Bedürfnis, eine auf einfachere Verhältnisse zugeschnittene Probe anwenden zu können. Die azidbutyrometrische Methode nach *Gerber* wird diesen Anforderungen als am besten entsprechend empfunden. Die Verwendung verschiedener Butyrometertypen hat dabei insofern eine gewisse Verwirrung verursacht, als die bei den einzelnen Butyrometerarten erzielten Werte verschieden interpretiert werden müssen. Um zugleich einen Vergleich mit den nach der gewichtsanalytischen Methode erhaltenen Werten ziehen zu können, wurden Fettgehaltsbestimmungen nach den verschiedenen Untersuchungsverfahren vorgenommen. Zur Anwendung gelangten neben der Methode nach *Röse-Gottlieb* folgende in der Schweiz gebräuchlichen Butyrometer (*K. Schneider*<sup>28</sup>):

1. Planpräzisionsbutyrometer
2. Butyrometer nach *Sichler*
3. Butyrometer nach *Siegfeld* für doppelte Quanten (22 cm<sup>3</sup> Magermilch, 20 cm<sup>3</sup> Säure, 2 cm<sup>3</sup> Amylalkohol).

Die beim Arbeiten mit den verschiedenen Butyrometern gesammelten Erfahrungen lassen sich in folgenden Punkten zusammenfassen:

### a) Allgemeine Eignung der Butyrometer

Die *Sichler*- und *Siegfeld*-Butyrometer sind infolge ihres engen Lumens und der oben geschlossenen Form sehr schwer zu reinigen. Beim Butyrometer nach *Siegfeld* ist der Fettmeniskus sehr stark gekrümmt. Bei beiden genannten Butyrometertypen ist die Fetttablesung deshalb erschwert, weil infolge des einseitigen Butyrometerverschlusses die Fettsäule nicht gut verschoben und in die für die Ablesung bequemste Lage gebracht werden kann. Beim Hineintreiben des Gummistopfens und Hinaufschieben der Fettschicht in die Glaskapillare entsteht im Raum über der Fettschicht ein Überdruck. Dadurch wird der Meniskus in der Kapillare automatisch wieder nach unten gedrückt. Man ist deshalb gezwungen,

durch einen entsprechenden Gegendruck auf den Verschlußstopfen den Meniskus möglichst festzuhalten, wodurch die Ablesung nicht nur mühsam, sondern auch ungenau wird.

Die am oberen Ende mit einem Schraubenverschluss versehenen *Planpräzisionsbutyrometer* zeigen die genannten Nachteile nicht. Infolge der beidseitigen Öffnung lassen sie sich bequem reinigen. Zur Fetttablesung lässt sich der obere Verschluss leicht lockern; dadurch wird es möglich, die Fettsäule zu verschieben und in die für die Ablesung am besten geeignete Lage zu bringen. Ein vielbeobachteter Nachteil ist der, dass der Metallhütchenverschluss sehr oft nicht dicht ist und dass an dieser Stelle Schwefelsäure heraussickert. Diesem Fehler kann in der Weise abgeholfen werden, dass in die Öffnung der Glaskapillare ein kleines Gummizäpfchen eingesetzt wird, das ein wenig (2—3 mm) vorsteht. Wird hierauf erst der Schraubenverschluss angebracht, so wird das eingesetzte Gummizäpfchen festgehalten und ein absolut dichter Verschluss erzielt. Zur Fetttablesung und Einstellung der Fettsäule wird das Gummizäpfchen gelüftet oder entfernt.

#### *b) Ablesung beim untern, mittleren oder oberen Meniskus*

In manchen Analysenanleitungen<sup>28)</sup> wird an Stelle der Ablesung am unteren Meniskus diejenige am mittleren und oberen Meniskus empfohlen. Diesen Empfehlungen gegenüber ist zu bemerken, dass die Ablesung am mittleren oder oberen Meniskus sehr unsicher und unscharf ist, dem subjektiven Empfinden unterliegt und deshalb der Willkürlichkeit ruft. Der Unterschied zwischen unterer, mittlerer und oberer Meniskusablesung ist bei den verschiedenen Butyrometertypen ungleich. Er beträgt beim Planpräzisionsbutyrometer 0,01—0,02 ‰, beim *Sichler*-Butyrometer ca. 0,01 ‰ und beim *Siegfeld*-Butyrometer 0,03—0,04 ‰. Beim einzelnen Butyrometertyp wird der Unterschied von Mal zu Mal vom Auge nicht immer genau gleich gesehen. Für eine scharfe und einwandfreie Ablesung kann deshalb nur der untere Meniskusrand in Frage kommen. *Es ist deshalb prinzipiell an der unteren Meniskusablesung festzuhalten.*

#### *c) Wie oft soll zentrifugiert werden?*

Zur Abklärung dieser Frage wurden die Butyrometer viermal je 3—5 Minuten zentrifugiert und nach jedem Zentrifugieren abgelesen. Zwischen dem einzelnen Zentrifugieren wurde nicht geschüttelt, ausser wenn sich zwischen Fettschicht und Schwefelsäurelösung ein Pfropfen gebildet hatte. Die Ablesungen zeigten, dass ein längeres Zentrifugieren als 3—5 Minuten zwecklos ist. Vom ersten zum zweiten Zentrifugieren war bei höheren Magermilchfettgehalten manchmal ein geringer Anstieg im abgelesenen Fettgehalt festzustellen. Das drei- und viermalige Zentrifugieren übte dagegen keinen Einfluss auf das Ergebnis aus. Ein zweimaliges Zentrifugieren erwies sich somit als vollkommen genügend.



*d) Das Auftreten von Verkohlungen und die Bildung von Pfropfen bei der Säuremethode; die Temperatur des Wasserbades für das Einstellen der Butyrometer*

Bei der azidimetrischen Fettgehaltsbestimmung von Magermilch und Buttermilch treten vielfach Verkohlungen auf; die Kohlepartikelchen sammeln sich beim Zentrifugieren des Butyrometers in der Grenzfläche Säure/Fett an. Der auf diese Weise aus verbrannten und anderen ungelösten Partikelchen sich bildende Pfropf erschwert die Ablesung. Verkohlungen treten hauptsächlich dann auf, wenn beim Abpipettieren der zu untersuchenden Magermilch oder Buttermilch unvorsichtig gearbeitet wird. Lässt man die Buttermilch in vollem Strahl direkt in die Schwefelsäure im Butyrometer hineinfließen, so bildet sich infolge starker örtlicher Überhitzung eine braun bis schwarz verfärbte Zone. Wird dagegen die Milch durch starkes Neigen der Pipette vorsichtig auf die Säure aufgeschichtet und zudem nach dem Zusetzen des Amylalkohols und Verschliessen des Butyrometers dieses beim Schütteln unter dem Wasserhahn etwas abgekühlt, so kann die Bildung dunkler Partikel hintan gehalten werden.

Es ist deshalb auch wesentlich, dass die Temperatur des Wasserbades, in das das Butyrometer nach dem Schütteln eingestellt wird, beachtet wird. Nach den von uns gemachten Beobachtungen ist es am zweckmässigsten, das Butyrometer nach dem unter Kühlung erfolgten Schütteln in ein Wasserbad von 50° zu stellen. Erst nach dem zweiten Zentrifugieren wird zwecks Vornahme der Ablesung in ein Wasserbad von 65° gestellt.

Vielfach wird empfohlen, die Verkohlung durch Zusatz von geringen Mengen Formalin zu unterdrücken. Die von uns vorgenommene Nachprüfung zeigte, dass es durch diese Massnahme wirklich gelingt, die Bildung von verkohlten Partikelchen zu verhindern. Durch den Formalinzusatz entstehen jedoch in der Schwefelsäure sich nicht lösende Formalin-Eiweissverbindungen, die sich dann ihrerseits beim Zentrifugieren an der Grenzfläche Säure/Fett ansammeln und auf diese Weise die Ablesung erschweren. Durch den Formalinzusatz wird ferner die Ausscheidung des Fettes gehemmt und ein niedriger Fettgehalt vorgetäuscht. Es geht dies aus den in Tabelle 4 zusammengestellten, von 3 verschiedenen Buttermilchproben erhaltenen Untersuchungsergebnissen deutlich hervor.

Versuche mit Schwefelsäure von  $d = 1,50$  und  $1,70$  verliefen negativ, indem sich Buttermilch und Magermilch nicht vollständig lösten und die Fettausscheidung nicht erfolgte.

*e) Arbeitsvorschrift für die Fettgehaltsbestimmung in Buttermilch, Magermilch usw. mit dem Planpräzisionsbutyrometer*

Bei der azidbutyrometrischen Fettbestimmung in Buttermilch, Magermilch usw. hat sich der Planpräzisionsbutyrometer am besten bewährt. Die Handhabung ist sehr bequem, und wir stellen deshalb bei unserer Anleitung auf diesen Butyrometertyp ab. Unsere Arbeitsvorschrift lehnt sich teilweise an die von *K. Schneider*<sup>28)</sup> gegebene Anleitung an.



*Tabelle 4*  
*Fettgehaltsbestimmung in Buttermilch*

Untersuchungsmethode	Buttermilchprobe			Beobachtung über die Pfropfbildung
	1	2	3	
<i>Röse-Gottlieb</i> % Fett	0,41	0,38	0,40	
<i>Säuremethode nach Gerber mit Plan- präzisionsbutyrometer:</i>				
a) in gewöhnlicher Weise ohne Kühlung	0,40	0,30	0,30	Verkohlungen, Pfropf, Trennungslinie breit und unsauber
b) Butyrometer beim Schütteln unter dem Wasserhahn gekühlt	0,40	0,32	0,36	keine Verkohlung, Trennungslinie dünner und sauberer als bei a)
c) wie a), Zusatz von 1 Tr. Formalin	0,15	0,20	0,18	Pfropfbildung wie bei a)
d) wie a), Zusatz von 2 Tr. Formalin	0,15	0,10	0,10	stärker als bei a)
e) wie a), Zusatz von 3 Tr. Formalin	0,15	0,10*	0,10	sehr stark

a) *Chemikalien:*

Schwefelsäure, technisch rein,  $d = 1,820-1,825$ .

Amylalkohol, furfurolfrei,  $d = 0,815$ .

b) *Ausführung der Probe:*

1. Verschliesse beim Planpräzisionsbutyrometer das Kapillarrohrende mit einem kleinen Gummizäpfchen und setze den Schraubenverschluss auf, stelle das Butyrometer mit der grossen Öffnung nach oben in ein geeignetes Gestell.
2. Fülle 10 cm<sup>3</sup> Schwefelsäure ins Butyrometer, überschichte vorsichtig mit 11 cm<sup>3</sup> Magermilch und gib 1 cm<sup>3</sup> Amylalkohol dazu.
3. Verschliesse das Butyrometer mit einem gut sitzenden Gummistopfen, umwickle das Butyrometer mit einem kleinen Tuch und schüttele während 2—3 Minuten kräftig unter gleichzeitiger Kühlung unter dem fliessenden Wasser.
4. Stelle das Butyrometer 10 Minuten lang in ein Wasserbad von 50° C.
5. Zentrifugiere 3—5 Minuten lang bei mindestens 1000 Touren pro Minute.
6. Stelle nochmals für 5—10 Minuten ins Wasserbad von 50° C zurück. Nimm nach dieser Zeit den Metallverschluss weg und lüfte das kleine Gummizäpfchen ein wenig. Treibe die Flüssigkeit mit dem Gummistopfen etwas in die Skalaröhre hinauf und verschliesse das Kapillarrohrende wieder.
7. Zentrifugiere zum zweitenmal während 3—5 Minuten.
8. Stelle das Butyrometer in ein Wasserbad von 65° C und lies nach ca. 5—10 Minuten das Resultat am *unteren* Meniskus ab. Zur bequemen Einstellung

der Fettsäule ist der Verschluss am Kapillarrohrende nötigenfalls zu lüften. Verifiziere die erste Ablesung durch eine zweite.

f) *Vergleich der mit der Butyrometermethode ermittelten Werte mit denjenigen der Röse-Gottlieb-Methode*

Es ergeben sich folgende Vergleichswerte (Tabelle 5):

*Tabelle 5*

	Röse-Gottlieb 0/0	Präzisions- butyrometer 0/0	Sichler- butyrometer 0/0	Siegfeld- butyrometer 0/0
<i>1. Eigene Untersuchungen</i>				
Zentrifugenschotte	0,03	kein Fett	kein Fett	kein Fett
Magermilch	0,05	0,01	0,03	0,03
»	0,06	0,02	0,03	0,04
»	0,07	0,03	0,04	0,04
»	0,07	0,03	0,04	0,04
»	0,08	0,04	0,05	0,07
»	0,13	0,10	0,11	0,13
»	0,14	0,13	0,14	0,13
»	0,16	0,13	0,15	—
»	0,37	0,35	0,39	0,40
<i>2. Ausländische Untersuchungen</i>				
Autoren:				
Rauch-Schloemer <sup>20)</sup>	0,05	0,02	—	—
	0,08	0,04	—	—
Jax	0,04	0,01	—	—
	0,05	0,01	—	—
	0,04	0,02	—	—
	0,05	0,01	—	—

g) *Die Beurteilung der Entrahmungsschärfe von Kraftzentrifugen*

Da keines der vorstehend genannten Fettbestimmungsverfahren erlaubt, reines Fett ohne Beimischungen zu gewinnen, kann den nach den verschiedenen Methoden ermittelten Fettgehaltszahlen nur die Bedeutung von Vergleichswerten zukommen. Für die milchwirtschaftliche Praxis würde es somit vollständig genügen, zu wissen, wann die Entrahmungsschärfe einer Zentrifuge als *gut bis genügend* und wann als *ungenügend* zu beurteilen ist. Für diese Beurteilung in Worten lässt sich folgende Zusammenstellung vornehmen (Tabelle 6):

Tabelle 6

Entrahmungsschärfe einer Kraftzentrifuge	ermittelter Fettgehalt			
	gravimetrisch	azidbutyrometrisch im		
	nach Röse-Gottlieb % Fett	Planpräzisions- butyrometer % Fett	Siehler- butyrometer % Fett	Siegfeld- butyrometer % Fett
<i>Magermilch</i>				
gut bis genügend	0,05—0,07	0,01—0,03	0,03—0,04	0,03—0,04
ungenügend	0,08 und darüber	0,04 und darüber	0,05 und darüber	0,05 und darüber
<i>Zentrifugenmagersirte</i>				
gut bis genügend	0,04—0,05	0,02	0,03	0,03
ungenügend	0,06 und darüber	0,03 und darüber	0,04 und darüber	0,04 und darüber

### Schlussfolgerungen

Je nach der Wahl der Untersuchungsmethodik treten bei der Fettgehaltsbestimmung in Magermilch, Zentrifugenmagersirte usw. wesentliche Differenzen in den Untersuchungsergebnissen auf. Für die Erlangung vergleichbarer Werte bei der Beurteilung der Entrahmungsschärfe von Kraftzentrifugen sind bei der Untersuchung von Magermilch, Zentrifugenmagersirte usw. folgende Richtlinien zu befolgen:

1. Bei der Bekanntgabe von Untersuchungsergebnissen über den Fettgehalt von Magermilch, Zentrifugenmagersirte usw. muss stets angegeben werden, nach welcher Untersuchungsmethode die Fettgehaltsbestimmung erfolgte.
2. Für die Bestimmung des Fettgehaltes von Magermilch usw. dient die gewichtsanalytische Extraktionsmethode nach *Röse-Gottlieb* als Grundlage, insbesondere dann, wenn die Fettgehaltsbestimmung der Prüfung einer Kraftzentrifuge in Form und Art eines Gutachtens dienen soll.
3. Zur Vereinheitlichung der Untersuchungsmethodik ist die Anwendung der Methode *Röse-Gottlieb* in der beschriebenen Modifikation (3malige Extraktion) zu empfehlen.
4. Für die interne Kontrolle und die serienweise Vergleichsuntersuchung kann die Magermilchfettbestimmung auch nach der azidbutyrometrischen Methode erfolgen.
5. Die Beanstandungsgrenze für die Entrahmungsschärfe von Kraftzentrifugen sollte für die schweizerischen milchwirtschaftlichen Kontrollstellen einheitlich sein. Auf Grund unserer Vergleichsuntersuchungen sind für eine *genügende Entrahmungsschärfe* folgende *maximalen Fettgehalte* einzusetzen:



	Röse-Gottlieb	Untersuchung nach Gerber (Planpräzisionsbutyrometer)
Magermilch	0,07 ‰	0,03 ‰
Zentrifugenmagersirte	0,05 ‰	0,02 ‰

### Zusammenfassung

Die Methodik der Fettgehaltsbestimmung in Magermilch, Buttermilch, Sirte (Molke), Zentrifugenmagersirte und Schotte wurde besprochen. Die für die gravimetrische Fettbestimmung nach *Röse-Gottlieb* gebräuchlichsten Arbeitsvorschriften wurden beschrieben und die nach den verschiedenen Modifikationen erhaltenen Werte hinsichtlich ihrer relativen Genauigkeit miteinander verglichen. Ein Vergleich erfolgte ebenfalls mit den nach der azidbutyrometrischen Methode mit verschiedenen Butyrometertypen ermittelten Fettgehalten.

Keines der beschriebenen Fettbestimmungsverfahren erlaubt, reines Fett ohne Beimengungen zu gewinnen. Den nach den verschiedenen Methoden ermittelten Gehaltszahlen kann deshalb nur die Bedeutung eines Vergleichswertes zukommen. Die gewichtsanalytische Methode nach *Röse-Gottlieb* ist für die Fettgehaltsbestimmung in Magermilch, Buttermilch usw. die sicherste Vergleichsgrundlage.

Die Beurteilung der Entrahmungsschärfe von Kraftzentrifugen nach einheitlichen Richtlinien wird besprochen.

### Résumé

Les méthodes de détermination de la matière grasse dans le lait maigre, le babeurre, le petit-lait centrifugé et la recuite sont passées en revue. Les procédés les plus usuels de la méthode gravimétrique de *Röse-Gottlieb* pour la détermination de la matière grasse ont été décrits et les résultats obtenus avec cette méthode et ses diverses modifications ont été confrontés entre eux quant à leur exactitude relative. Des études comparatives ont été également faites avec la méthode à l'acide et divers types de butyromètre.

Aucun des procédés décrits ne permet d'obtenir de la graisse pure, exempte d'impuretés. Seule donc peut avoir une signification la valeur comparative des résultats obtenus avec les différentes méthodes. La méthode gravimétrique de *Röse-Gottlieb* pour la détermination de la matière grasse dans le lait maigre, le babeurre etc. représente la base de comparaison la plus sûre.

L'appréciation selon des règles unifiées de l'intensité d'écémage des centrifuges est discutée.



## Literatur

- 1) Schweizerisches Lebensmittelbuch, 4. Aufl., S. 53 (1937).
- 2) *Chr. Barthel*, Methoden zur Untersuchung von Milch und Molkereiprodukten, Berlin, 4. Aufl. (1928), S. 46 und 49.
- 3) *J. Pien* und *G. Maurice*, *Le Lait* **12**, 389 (1932).
- 4) *Herrington*, B. L., *Journ. Dairy Sci.* **16**, 557 (1933).
- 5) *G. Schwarz* und *B. Hagemann*, *Molkerei-Ztg. Hildesheim* **54**, 685 (1940).
- 6) *A. L. Stigen*, *Nordisk Mejeri-Tidskrift* Nr. 10, 115 (1940); Nr. 11, 128 (1940).
- 7) *Handbuch der landwirtschaftlichen Versuchs- und Untersuchungsmethodik (Methodenbuch)*, Berlin 1941, Bd. 6, S. 11.
- 8) *Official and tentative Methods of Analysis of the Association of official agricultural Chemists*, 5. Aufl., Washington, S. 267 (1935).  
*American Public Health Association New York, Röse-Gottlieb Method-official, Standard Method of Milk Analysis*, 6. Aufl., S. 81 (1934).
- 9) *O. W. Chapman*, *Journ. Dairy Sci.* **11**, 429 (1928).
- 10) *G. E. Holm*, *P. A. Wright* und *E. F. Deysher*, *Journ. Dairy Sci.* **16**, 445 (1938).
- 11) *G. E. Holm*, *P. A. Wright* und *E. F. Deysher*, *Journ. Dairy Sci.* **19**, 631 (1936).
- 12) *B. Heinemann*, *Journ. Dairy Sci.* **22**, 707 (1939).
- 13) *P. Jax*, *Molkerei-Ztg. Hildesheim* **55**, 61 (1941).
- 14) *A. E. Sandelin*, *Molkereiwissensch. Z.* **3**, 104 (1941). Finn. mit deutscher Zusammenfassung.
- 15) *W. Grimmer* und *G. Schwarz*, *Milchw. Forschg.* **2**, 163 (1925).
- 16) *M. Siegfeld*, *Milchw. Ztr. Blatt* **4**, 351 (1908).
- 17) *G. Roeder*, *Milchw. Forschg.* **5**, 258 (1928).
- 18) *G. Schwarz*, *B. Hagemann* und *H. Mumm*, *Molkerei-Zeitung Hildesheim* **55**, 73 (1941).
- 19) *H. Hautog*, *Molkerei-Ztg. Hildesheim* **54**, 399 (1940).
- 20) *K. Rauch* und *A. Schloemer*, *Molkerei-Ztg. Hildesheim* **54**, 1345 (1940).
- 21) *J. Grossfeld*, *Ztschr. Unters. Lebensm.* **44**, 193 (1922); **45**, 147 (1923); **46**, 63 (1923); **49**, 286 (1925).
- 22) *B. Semerdjiew*, *Ztschr. Unters. Lebensm.* **79**, 253 (1940).
- 23) *Huyge*, *Revue générale du lait* **7**, 269 (1909).
- 24) *Eichloff* und *Grimmer*, *Milchw. Zentralbl.* 1910, S. 114.
- 25) *H. G. Krainick*, *Klin. Wochenschr.* **17**, 706 (1938).  
*C. H. Fiske* und *Y. Gubbarow*, *J. Biol. Chem.* **66**, 375 (1925).  
*Klinische Kolorimetrie*, Carl Zeiss, Jena (1940, S. 83).
- 26) *H. Wurmman* und *O. Högl*, *Mitt. Geb. Lebensm. Unters. u. Hyg.* **35**, 273 (1945).  
*Klinische Kolorimetrie mit dem Pulfrich-Photometer*, Carl Zeiss, Jena, S. 82 ff. (1940).
- 27) *E. Klenk* und *O. v. Schoenebeck*, *Z. physiol. Chem.* **209**, 117 (1932).
- 28) *K. Schneider*, *Die praktische Milchprüfung*, Bern, 9. Aufl., S. 106 (1938).