

Untersuchungen über die Genauigkeit verschiedener Milchfettbestimmungsmethoden

Autor(en): **Hostettler, H. / Hänni, H.**

Objektyp: **Article**

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

Band (Jahr): **38 (1947)**

Heft 4-5

PDF erstellt am: **12.07.2024**

Persistenter Link: <https://doi.org/10.5169/seals-983037>

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.

Untersuchungen über die Genauigkeit verschiedener Milchfettbestimmungsmethoden

Von *H. Hostettler* und *H. Hänni*

(Aus der eidg. milchwirtschaftlichen und bakteriologischen Anstalt Liebefeld-Bern)

In Untersuchungen über die Fettgehaltsbestimmung in Milch verglichen *G. Koestler* und *W. Loertscher*^{1,2)} die acidbutyrometrische Methode nach *Gerber* mit der gewichtsanalytischen Methode nach *Röse-Gottlieb*. Sie stellten dabei fest, dass die acidbutyrometrische Methode im Vergleich zu der gewichtsanalytischen Extraktionsmethode im allgemeinen zu hohe Werte liefert und zwar ist die Abweichung umso grösser, je höher der Fettgehalt der Milch ist. Bei Milch mit mittlerem Fettgehalt wird nach der Methode *Gerber* ein um etwa 0,1 % zu hoher Wert erhalten. Die genannten Autoren kamen deshalb zum Schlusse, die nach der acidbutyrometrischen Methode abgelesenen Fettprocente seien auf 100 cm³ Milch zu beziehen.

Die gewichtsanalytische Extraktionsmethode nach *Röse-Gottlieb* gilt als Grundlage für die Fettgehaltsbestimmung in Milch, Rahm, Magermilch, Molke, Buttermilch etc. Sie ist in der praktischen Ausführung nicht standardisiert und in den verschiedenen Ländern werden die Analysen in den verschiedensten Abweichungen ausgeführt. In Untersuchungen über die Fettgehaltsbestimmungen in Magermilch, Buttermilch, Sirte (Molke), Zentrifugenmagersirte und Schotte stellten *H. Hostettler*, *W. Lehmann* und *Lilly Künzle*³⁾ beim Vergleich verschiedener Arbeitsvorschriften fest, dass diejenigen Werte die weitaus geringste Schwankungsbreite und grösste relative Genauigkeit aufweisen, die durch mehrmalige, erschöpfende Extraktion des zu untersuchenden Materials mit Äther und Petroläther ermittelt wurden. Es schien deshalb wünschenswert, diese Untersuchungen auch auf Milch auszudehnen und die nach verschiedenen Arbeitsvorschriften erhaltenen Fettgehalte mit den nach der *Gerber*'schen Säuremethode gefundenen Werten zu vergleichen.

Untersuchungsmethoden

I. Acidbutyrometermethode nach *Gerber*

Das Pipettieren der Milch erfolgte mit geprüften Pipetten und wurde so vorgenommen, dass genau 11 cm³ Milch in die Butyrometer einliefen. Das Abmessen der Schwefelsäure und des Amylalkohols geschah mit Abmessautomaten. Die Vornahme der Bestimmung erfolgte im übrigen genau nach der im Schweizerischen Lebensmittelbuch⁴⁾ beschriebenen Arbeitsweise.

II. Röse-Gottlieb-Methode

Die Untersuchung nach *Röse-Gottlieb* erfolgte in verschiedenen Modifikationen, um den Einfluss gewisser Abweichungen abzuklären.

1. In Liebefeld angewendete Arbeitsweise

In Anlehnung an die in der Sammlung der Arbeitsmethoden A.O.A.C.⁵⁾ gegebene Vorschrift wird folgende Arbeitsweise befolgt:

Reagenzien:

Ammoniak, spez. Gew. 0,90 (25 %ig)
96 %iger Alkohol
peroxydfreier Äther
Petroläther, leicht siedend bis 60° C, wasserfrei

10 cm³ Milch werden in ein 80 cm³ fassendes Rohr ^{*3)} eingewogen. Man setzt 1 cm³ Ammoniak (2 cm³, wenn die Probe sauer ist) und 10 cm³ 96 %igen Alkohol zu. Nach jedem Zusatz mischt man gründlich; die Milch löst sich dabei zu einer durchscheinenden Flüssigkeit auf. Darauf werden 25 cm³ peroxydfreier Äther zugesetzt, das Rohr mit einem einwandfreien, mit Wasser benetzten Korkstopfen verschlossen und gut durchgeschüttelt. Hernach folgen 25 cm³ Petroläther, worauf man wieder gründlich durchschüttelt. Man lasse nun stehen, bis die obere Schicht praktisch klar ist, was wenigstens 20 Minuten dauert, hebere die klare Äther-Petrolätherschicht in ein 100 cm³ fassendes Erlenmeyerkölbchen ab, wobei man sich zweckmässig einer Druckhebevorrichtung bedient und Sorge trägt, dass nichts von der unteren, wässrig-ammoniakalischen Schicht mitgerissen wird; zirka 0,5 bis 1,0 cm³ ätherische Fettlösung sollen im Rohr zurückbleiben. Die in die Äther-Petrolätherlösung eintauchende Hebevorrichtung wird nach dem Abhebern vorsichtig innen und aussen mit Äther in das Erlenmeyerkölbchen nachgespült, worauf man das Kölbchen zur Verdampfung des Äthers auf eine Heizplatte von 50—60° C oder ein entsprechend erwärmtes Sicherheitswasserbad stellt. Das Verdampfen des Äthers soll gleichmässig, ohne Spritzen oder Stossen, vor sich gehen. In das Extraktionsrohr gibt man nun neuerdings 15 cm³ Äther und 15 cm³ Petroläther, wobei nach jedem Zusatz verschlossen und gründlich geschüttelt wird. Nach wenigstens 20 Minuten dauerndem Stehen wird wiederum in dasselbe Erlenmeyerkölbchen abgehert, das Heberrohr nachgespült und das Kölbchen wieder auf die Heizplatte zurückgestellt. Zum Schluss wird die Extraktion ein drittes Mal wiederholt. Nun lasse man den Äther-Petroläther vollständig verdampfen und trockne zuletzt das Kölbchen mit dem Rückstand bei 103—105° C bis zur Gewichtskonstanz. Man

*) Die Extraktionsröhren können in richtiger Ausführung von der Firma H. Schärer, «Haska», Bern, Neubrückstrasse, bezogen werden.

wäge das abgekühlte Kölbchen, indem man als Gegengewicht ein leeres Duplikatkölbchen benutzt, das in der gleichen Weise behandelt wurde. Jegliches Abwischen der Kölbchen unmittelbar vor dem Wägen ist zu unterlassen. Hierauf entferne man das Fett vollständig durch Herauslösen mit reinem, wasserfreiem Petroläther, wobei man Sorge trägt, die am Glas haftenden petrolätherunlöslichen Rückstände nicht loszureissen und aufzuwirbeln. Das Kölbchen wird wieder getrocknet und nach dem Erkalten zurückgewogen. Die eingetretene Gewichtsverminderung gilt als Gewicht des Fettes. Man korrigiert das Gewicht des Fettes durch den mit den Reagenzien in gleicher Weise erzielten Blindwert.

2. Modifikation a

An Stelle des unter 1 beschriebenen, bloss 20 Minuten dauernden Stehens wird nach dem ersten Ätherzusatz 2 Stunden, nach dem zweiten und dritten Extrahieren 1 Stunde stehen gelassen, dafür aber am Schluss nach dem Trocknen das Fett nicht nochmals mit reinem Petroläther zurückgelöst. Diese heute noch in vielen Laboratorien geübte Methode besitzt den Nachteil, dass durch das lange Stehenlassen nach dem Ätherzusatz die in Arbeit befindlichen Proben nicht fortlaufend weiter behandelt werden können.

3. Modifikation b

Abhebern eines aliquoten Teiles der ätherischen Fettlösung.

Bei dieser von *W. Loertscher*²⁾ angewendeten Methode wird die fetthaltige Äther-Petrolätherlösung gemessen, davon ein aliquoter Teil entnommen und von der erhaltenen Fettmenge aus auf das gesamte Äther-Petroläthervolumen umgerechnet.

Ergebnisse

Die ermittelten Werte sind in der nachfolgenden Tabelle wiedergegeben. Für die Wiedergabe der Streuung sind neben dem Mittelwert der höchste und der niedrigste Wert angegeben. Die Berechnung des mittleren Fehlers erfolgte nach den Rechentafeln von *Küster-Thiel*⁶⁾ unter Anlehnung an die neuzeitlicheren Werke von *A. Linder*⁷⁾ und *R. A. Fisher*⁸⁾.

Tabelle 1

Fettgehaltsstufe	Methode	Ermittelter Fettgehalt %			Mittlerer Fehler						
		höchster Wert	niedrigster Wert	Mittel	m_x	m_6	m_2	σ			
1 %	I. Gerber	1,00	0,97	0,98	$\pm 0,003$ $x=10$	$\pm 0,004$	$\pm 0,007$	$\pm 0,009$			
	II. Röse-Gottlieb										
	1. Liebefeld	1,00	0,99	1,00					0,003	0,005	0,007
	2. Modifikation a	1,07	1,00	1,03					0,01	0,02	0,03
	3. Modifikation b	1,04	0,98	1,01	0,008	0,01	0,02				
2 %	I. Gerber	2,20	2,12	2,19	0,008 $x=10$	0,01	0,02	0,03			
	II. Röse-Gottlieb										
	1. Liebefeld	2,15	2,07	2,13					0,01	0,02	0,03
	2. Modifikation a	—	—	—					—	—	—
	3. Modifikation b	2,21	2,17	2,20	0,01	0,01	0,02				
3 %	I. Gerber	3,02	2,92	2,97	0,009 $x=10$	0,01	0,02	0,03			
	II. Röse-Gottlieb										
	1. Liebefeld	2,86	2,85	2,85					0,002	0,004	0,006
	2. Modifikation a	—	—	—					0,007	0,01	0,02
	3. Modifikation b	2,94	2,82	2,90	0,02	0,04	0,05				
3,5 %	I. Gerber	3,70	3,60	3,66	0,01 $x=16$	0,02	0,03	0,04			
	II. Röse-Gottlieb										
	1. Liebefeld	3,55	3,50	3,52					0,007	0,01	0,02
	2. Modifikation a	3,56	3,51	3,52					0,009	0,02	0,03
	3. Modifikation b	3,77	3,67	3,70	0,01	0,03	0,05				
4 %	I. Gerber	4,19	4,06	4,11	0,02 $x=10$	0,02	0,03	0,05			
	II. Röse-Gottlieb										
	1. Liebefeld	3,99	3,95	3,98					0,006	0,01	0,01
	2. Modifikation a	3,97	3,96	3,96					0,003	0,004	0,006
	3. Modifikation b	4,06	3,94	3,99	0,02	0,04	0,05				
4,5 %	I. Gerber	4,70	4,65	4,68	0,006 $x=10$	0,008	0,01	0,02			
	II. Röse-Gottlieb										
	1. Liebefeld	4,50	4,48	4,49					0,003	0,005	0,007
	2. Modifikation a	4,52	4,48	4,50					0,006	0,01	0,01
	3. Modifikation b	4,61	4,38	4,48	0,03	0,06	0,08				
6 %	I. Gerber	6,20	5,98	6,13	0,02 $x=10$	0,03	0,05	0,07			
	II. Röse-Gottlieb										
	1. Liebefeld	5,93	5,90	5,92					0,004	0,007	0,009
	2. Modifikation a	5,93	5,90	5,91					0,005	0,008	0,01
	3. Modifikation b	6,06	5,90	5,99	0,03	0,05	0,06				

Legende: m_x = Mittlerer Fehler des Mittelwertes von x Analysen
 m_6 = " " " " " 6 Analysen
 m_2 = " " " " " Doppelanalysen
 σ = " " " " " Einzelanalysen

Besprechung der Ergebnisse

Bei der acidbutyrometrischen Methode nach *Gerber* beträgt der mittlere Fehler für die Einzelbestimmung im Mittel $\pm 0,04$ ‰. Dieses Ergebnis steht in Übereinstimmung mit den Angaben von *G. Roeder*⁹⁾, wonach die Abweichungen der Mehrzahl der Fettgehaltsbestimmungen nach der *Gerber*-Methode innerhalb $\pm 0,05$ ‰ liegen. Es ist jedoch zu bedenken, dass der von uns ermittelte Wert von $\pm 0,04$ ‰ durch das von uns geübte sorgfältige Arbeiten erreicht wurde. Geringere Sorgfalt, besonders beim Abpipettieren der Milch, lässt den mittleren Fehler sofort auf $\pm 0,1$ ‰ und mehr ansteigen. Dies geht deutlich aus den Ergebnissen einer mit zu rasch auslaufender Pipette ermittelten Versuchsreihe hervor. Bei einem Mittelwert von 3,67 ‰ betragen der höchste Wert 3,70 ‰ und der niedrigste 3,62 ‰; der mittlere Fehler des Mittels bei 6 Analysen war $m_6 = \pm 0,041$; $m_2 = \pm 0,071$ und $\sigma = \pm 0,101$.

Bei den Untersuchungen nach *Röse-Gottlieb* weisen die nach der in Liebefeld üblichen Arbeitsweise ermittelten Werte die geringste Streuung auf; die Methode ist den Modifikationen a und b überlegen. Insbesondere erweist sich das bei der Modifikation a geübte 1—2stündige Stehenlassen nach dem Äther-Petroläther-Zusatz als kein Vorteil und kann nicht vollständig verhindern, dass geringe Verunreinigungen mit abgehebert werden. Modifikation b erweist sich, wie aus der Berechnung der mittleren Fehler hervorgeht, als kaum genauer als die Butyrometermethode nach *Gerber*. Die im Mittel der 7 Milchproben ermittelten Fehler betragen

Methode	m_2	σ
<i>Gerber</i>	$\pm 0,024$	$\pm 0,037$
<i>Röse-Gottlieb</i>		
1. Liebefeld	0,008	0,013
2. Modifikation a	0,012	0,015
3. Modifikation b	0,034	0,049

Um gröbere, nicht durch die Methode an sich bedingte Fehler zu vermeiden, wird die Vornahme von Doppelanalysen als Minimum erachtet.

Vergleich der acidbutyrometrisch nach Gerber ermittelten Werte mit den gewichtsanalytisch nach Röse-Gottlieb (Methode 1) ermittelten

Beim Vergleich der Butyrometerwerte nach *Gerber* mit den gewichtsanalytisch bestimmten Werten hat man sich Rechenschaft zu geben, ob die vom Butyrometer abgelesenen Werte a) auf 100 g Milch oder b) auf 100 cm³ Milch

zu beziehen sind. Im Falle a) können die am Butyrometer abgelesenen Werte direkt mit den gewichtsanalytisch ermittelten Werten verglichen werden; im Falle b) sind die Butyrometerwerte vorerst durch das spezifische Gewicht der Milch zu dividieren. Das Ergebnis der Gegenüberstellung ist in Tabelle 2 dargestellt.

Tabelle 2

Nr.	Fettgehalt			Differenz zwischen Gerber-Methode und Röse-Gottlieb-Methode, wenn die Ablesung auf dem Butyrometer bedeutet:	
	nach Gerber, wenn die Ablesung auf dem Butyrometer bedeutet:		nach Röse-Gottlieb-Methode 1:	g Fett in 100 g Milch	g Fett in 100 cm ³ Milch
	g Fett in 100 g Milch	g Fett in 100 cm ³ Milch	g Fett in 100 g Milch		
1	0,98	0,95	1,00	— 0,02	— 0,05
2	2,19	2,14	2,13	+ 0,06	+ 0,01
3	2,97	2,88	2,85	+ 0,13	+ 0,03
4	3,66	3,55	3,52	+ 0,17	+ 0,03
5	4,11	3,99	3,98	+ 0,13	+ 0,01
6	4,68	4,55	4,49	+ 0,19	+ 0,06
7	6,13	5,96	5,92	+ 0,21	+ 0,04
Mittel der Proben 3—7			=	+ 0,164	+ 0,034
Mittel von 11 Proben nach G. Koestler und W. Loertscher (1, 2)				+ 0,16	+ 0,027

Es wird damit bestätigt, dass die nach der acidbutyrometrischen Methode am Butyrometer abgelesenen Fettgehalte als g Fett in 100 cm³ Milch zu bewerten sind.

Zusammenfassung

Verschiedene Modifikationen der gewichtsanalytischen Fettgehaltsbestimmungsmethoden nach Röse-Gottlieb und die acidbutyrometrische Methode nach Gerber wurden durch Parallelbestimmungen von mindestens 6 Analysen an Milchen abgestuften Fettgehaltes miteinander verglichen, die Streubreite ermittelt und der mittlere Fehler der Methoden berechnet. Für die aus diesen Untersuchungen hervorgehende Methode mit dem kleinsten methodischen Fehler wird die genaue Arbeitsvorschrift bekanntgegeben. Die nach dieser Methode ermittelten Werte werden mit den nach der Gerber'schen Acidbutyrometermethode erhaltenen Werten verglichen und bestätigt, dass die nach der letzteren am Butyrometer abgelesenen Fettgehalte als Gramm Fett in 100 cm³ Milch zu bewerten sind.

Résumé

Diverses modifications de la détermination de la matière grasse selon la méthode de *Röse-Gottlieb* et la méthode butyrométrique de *Gerber* ont été comparées par des déterminations parallèles d'au moins 6 analyses de laits contenant des quantités croissantes de graisse. La marge de dispersion et l'erreur moyenne des méthodes ont été calculées. Nous fondant sur ces recherches nous indiquons le procédé exact de la méthode donnant l'erreur méthodique la plus petite. Les résultats obtenus avec cette méthode sont comparés avec ceux de la méthode de *Gerber*; ils confirment que les teneurs en matière grasse lues au butyromètre selon celle-ci indiquent les grammes de matière grasse dans 100 cm³ de lait.

Summary

Different modifications of the *Röse-Gottlieb* method for determining fat in milk are compared with that of *Gerber* by at least 6 analysis of the same sample and by sampling milk containing increasing quantities of fat. The margin of dispersion and the average inaccuracy of these methods have been calculated.

The procedur proving the smallest methodical inaccuracy of the modifications tested is described in detail. Its results are compared with those of the *Gerber* method, and again it is proved that the scale of butyrometer used in *Gerber's* method means "grams of fat in 100 ml of milk".

Literatur

- 1) *G. Koestler* und *W. Loertscher*, Ztschr. Unters. Lebensm. **57**, 48 (1929).
- 2) *W. Loertscher*, Schweiz. Milchzeitg. Nr. 41, 42 (1928).
- 3) *H. Hostettler*, *W. Lehmann* und *Lilly Künzle*, diese Ztschr. **37**, 238 (1946).
- 4) *Schweizerischen Lebensmittelbuch*, 4. Aufl. S. 24.
- 5) *Official and Tentative Methods of Analysis* of the Association of Official Agricultural Chemists, 6. Aufl. 1945, Washington, S. 309.
- 6) *Küster-Thiel*, Logarithmische Rechentafeln, Tafeln 22 und 23.
- 7) *A. Linder*, Statistische Methoden. Basel, Birkhäuser 1945.
- 8) *R. A. Fisher*, Statistical Methods for Research Workers. Edinburgh and London. Oliver & Boyd, 8. Aufl. 1941.
- 9) *G. Roeder*, Milchwirtschaftliche Forschungen **20**, 200 (1940).