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

**Herausgeber:** Bundesamt für Gesundheit

**Band:** 47 (1956)

**Heft:** 6

**Artikel:** Über eine vereinfachte Methode zur Bestimmung von Wasser, Fett und Stärke in Margarine

**Autor:** Lindstedt, Gösta

**DOI:** https://doi.org/10.5169/seals-983972

**Nutzungsbedingungen**

Die ETH-Bibliothek ist die Anbieterin der digitalisierten Zeitschriften auf E-Periodica. Sie besitzt keine Urheberrechte an den Zeitschriften und ist nicht verantwortlich für deren Inhalte. Die Rechte liegen in der Regel bei den Herausgebern beziehungsweise den externen Rechteinhabern. Das Veröffentlichen von Bildern in Print- und Online-Publikationen sowie auf Social Media-Kanälen oder Webseiten ist nur mit vorheriger Genehmigung der Rechteinhaber erlaubt. Mehr erfahren

**Conditions d'utilisation**

L'ETH Library est le fournisseur des revues numérisées. Elle ne détient aucun droit d'auteur sur les revues et n'est pas responsable de leur contenu. En règle générale, les droits sont détenus par les éditeurs ou les détenteurs de droits externes. La reproduction d'images dans des publications imprimées ou en ligne ainsi que sur des canaux de médias sociaux ou des sites web n'est autorisée qu'avec l'accord préalable des détenteurs des droits. En savoir plus

**Terms of use**

The ETH Library is the provider of the digitised journals. It does not own any copyrights to the journals and is not responsible for their content. The rights usually lie with the publishers or the external rights holders. Publishing images in print and online publications, as well as on social media channels or websites, is only permitted with the prior consent of the rights holders. Find out more

**Download PDF:** 02.07.2025

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

# Über eine vereinfachte Methode zur Bestimmung von Wasser, Fett und Stärke in Margarine

Von *Gösta Lindstedt*

(Staatliches Institut für Volksgesundheit, Tomteboda, Schweden)

Nach dem schwedischen Lebensmittelgesetz soll die Margarine des Handels mindestens 82 % Fett und nicht mehr als 16 % Wasser enthalten. Ausserdem soll sie mit mindestens 0,2 % Kartoffelstärke versetzt sein. Die Überwachung im Sinne dieser Verordnung kommt gemäss Gesetz dem hiesigen Institut zu. Die Bestimmung von Wasser, Fett und Stärke in der Margarine wurde bisher in drei unabhängigen Analysen ausgeführt (Wasserbestimmung in der üblichen Weise durch Trocknen bei 100—105° auf Bimsstein; Fettbestimmung nach *Schmid-Bondzynski-Ratzlaff;* Stärkebestimmung durch polarimetrische Messung in verdünnter Salzsäure nach *Ewers*).

Die Durchführung einer großen Anzahl solcher Analysen erfordert einen erheblichen Aufwand an Zeit und Material. Insbesondere ist die Stärkebestimmung recht zeitraubend und kostspielig. Für jede Probe werden 100 g Margarine eingewogen, und zum Auflösen des Fettes wird etwa 1 Liter Benzin verbraucht. Die Wasser- und Fettbestimmungen werden beide durch Trocknung des Fettes bei etwa 100° ausgeführt, wobei die Möglichkeit der Oxydation des Fettes nicht ausgeschlossen werden kann. Es wurde deshalb nach einer einfacheren und schonenderen Methode für die Margarinenanalyse gesucht. Es erschien dabei zweckmässig, alle drei Bestimmungen mit derselben Einwaage ausführen zu können.

Im Jahre 1947 hat *Wachsmuth* ein einfacheres Verfahren zur Bestimmung von Wasser und Fett in Margarine und Butter veröffentlicht [1]). Die Bestimmung wird wie folgt ausgeführt:

1 g Margarine wird in einem Zentrifugenglase von 30—40 ml Volumen eingewogen und mit einem Glasstabe zu einer dünnen Schicht auf der Innenseite des Glases ausgestrichen. Das Glas wird nun im Vakuum bei Zimmertemperatur getrocknet. Nach etwa 24 Stunden ist Gewichtskonstanz erreicht, und der Gewichtsverlust des Glases entspricht der Wassermenge der Probe. Man löst nun das Fett in 25 ml Äther, zentrifugiert, giesst die Ätherlösung ab und behandelt den Rückstand in derselben Weise noch zweimal mit Äther. Der Rückstand kann dann gewogen und, wenn erwünscht, in ihm der Natriumchloridgehalt bestimmt werden. Das Fett wird durch Eindampfung und Wägung der gesamten Ätherauszüge bestimmt.

## *Kolorimetrische Stärkebestimmung*

Es wurde nun versucht, die *Wachsmuth*'sche Methode auch mit der Stärkebestimmung zu vereinigen. Bei sorgfältigem Arbeiten soll im ätherunlöslichen Rückstande die gesamte Stärkemenge der Probe (etwa 2 mg) neben Kochsalz und

Eiweiss vorhanden sein. Diese Stärkemenge ist zu klein für eine gravimetrische oder polarimetrische Bestimmung. Dagegen dürfte sie sich für eine kolorimetrische Bestimmung gut eignen.

Die kolorimetrische Bestimmung der Stärke wird am einfachsten durch Messung des blauen Stärke-Jod-Komplexes ausgeführt. Sein Absorptionsmaximum liegt bei etwa 525 mμ [2]), wo aber auch die Absorption einer reinen Jodlösung sehr hoch ist. Wenn man die Lichtabsorption einer Jod-Stärke-Lösung gegen eine reine Jodlösung misst, findet man das Maximum bei etwa 580 mμ. Bei dieser Wellenlänge ist aber noch die Absorption der Jodlösung recht bedeutend, so dass kleine Veränderungen der Jodkonzentration (z.B. durch den Verbrauch eines Teiles des Jodes von der Stärke) das Analysenresultat merkbar beeinflussen können. Deshalb habe ich versucht, in rotem Licht (etwa 680 mμ) zu messen, wie es *Nielsen* [3]) vorgeschlagen hat. Die Absorption des Jod-Stärke-Komplexes, gegen eine Jodlösung gemessen, ist hier nur um 20 % niedriger als bei 580 mμ, die Absorption der reinen Jodlösung dagegen äusserst gering.

Bevor die Stärke kolorimetrisch bestimmt werden kann, muss sie in Lösung gebracht werden, was nach *Nielsen* [3]) am besten durch Behandeln mit 4,0—4,8 N Perchlorsäure während 10—15 Minuten bei Zimmertemperatur erfolgt.

Bei meinen Untersuchungen wurde der Einfluss der Perchlorsäurekonzentration und der Auflösungszeit auf die Ausbeute an Stärke eingehend studiert. Das Resultat ist in Tabelle 1 zusammengefasst. Die Versuche wurden wie folgt ausgeführt:

In 6 Kölbchen wurden in steigender Reihe 7—40 mg von Kartoffelstärke mit bekanntem Gehalt an Feuchtigkeit eingewogen. Die Stärke wurde dann mit 30 ml verdünnter Perchlorsäure im Thermostat bei 22° 10, 15, 20 oder 30 Minuten behandelt. Nach dieser Behandlung ist die Stärke völlig in Lösung gegangen. Die Säure wird dann mit Wasser auf 1 Liter aufgefüllt, und 5 ml von dieser Lösung werden mit 1 ml 0,005 N Jodlösung in einer zylindrischen Küvette gemischt. Die Extinktion wird unmittelbar danach in rotem Licht im Kolorimeter gemessen. Als Blindprobe dient ein Gemisch von 5 ml Wasser und 1 ml Jodlösung. Der Versuch wurde mit 4,0 N, 4,5 N, 5,0 N, 5,4 N und 6,1 N Perchlorsäure wiederholt. Bei meinen Versuchen wurde ein Hilger Biochem Absorptiometer mit Filter 70 (680 mμ) benutzt.

Aus den 6 Extinktionswerten, die den verschiedenen Einwaagen von Stärke entsprechen, wird eine Eichkurve aufgestellt, die mit guter Annäherung eine Gerade bildet. Auf dieser Kurve wird die Extinktion, die einem Stärkegehalt von 0,030 mg/ml entspricht, abgelesen. Die so gefundenen Extinktionswerte sind in Tabelle 1 zusammengefasst.

Aus der Tabelle geht hervor, dass die Extinktionswerte innerhalb 5—10 % überall gleich sind mit Ausnahme der kürzesten Zeiten mit 4,0 N Säure und 30 Minuten mit 6,1 N Säure. Möglicherweise kann man ein schwaches Maximum für 5,0 N Säure feststellen. Mit 4,0 N Säure ist die Stärke vermutlich erst nach 20—30 Minuten völlig aufgeschlossen, im Falle der 6,0 N Säure ist bereits ein Abbau der Stärke eingetreten. Wenn man die Stärke höchstens 15 Minuten mit Säure behandelt, kann man aber ohne Verluste auch mit 6 N Perchlorsäure

*Tabelle 1*

*Extinktionswerte nach Auflösen der Kartoffelstärke bei 22° mit verschiedenen Konzentrationen von $HClO_4$ und verschiedenen Auflösungszeiten*

| Konzentration von $HClO_4$ | Auflösungszeit Min. | Extinktion für 0,030 mg Stärke / ml |
|---|---|---|
| 4,0 N | 10 | 0,36 |
| | 15 | 0,40 |
| | 20 | 0,41 |
| | 30 | 0,44 |
| 4,5 N | 10 | 0,41 |
| | 15 | 0,44 |
| | 20 | 0,43 |
| | 30 | 0,41 |
| 5,0 N | 10 | 0,45 |
| | 15 | 0,45 |
| | 20 | 0,44 |
| | 30 | 0,42 |
| 5,4 N | 10 | 0,43 |
| | 15 | 0,41 |
| | 20 | 0,41 |
| | 30 | 0,43 |
| 6,1 N | 10 | 0,42 |
| | 15 | 0,42 |
| | 20 | 0,42 |
| | 30 | 0,39 |

arbeiten. Das ist bei der Analyse von Margarine besonders vorteilhaft, deren ätherunlöslicher Rückstand ja auch Eiweiss enthält, der von der Säure nicht gelöst wird. Man sollte erwarten, dass eine stärkere Säure die Stärke aus dem flockigen Niederschlage leichter auslöst als eine schwächere. Bei den späteren Versuchen mit Margarine wurde durchwegs eine mit dem gleichen Volumen Wasser verdünnte konzentrierte (70—72 %) Perchlorsäure verwandt, was etwa 5,9 N entspricht.

*Nielsen* [3]), der ähnliche Versuche mit Kartoffelstärke gemacht hat, erhielt die beste Ausbeute an Stärke mit 4,0—4,8 N Perchlorsäure. Mit 6,0 N Säure war die Ausbeute um 10—20 % niedriger. Seine Resultate stimmen also nicht ganz mit den hier vorgelegten überein. Für die Praxis sind aber kleine Verluste von Stärke ohne Bedeutung, wenn man nur die Analysen zur Aufstellung der Eichkurve in derselben Weise wie die Stärkebestimmungen gemacht hat.

Weiter wurde auch die Einwirkung der Temperatur im Gebiete 20—30° auf die Extinktion der Jod-Stärke-Lösungen studiert. Es ergab sich, dass die Extinktion im Gebiete 20—24° so gut wie konstant ist, dann bis 30° mit etwa 10 % absinkt. Wenn die Temperatur der zu messenden Lösung zwischen 20° und 24° liegt, kann man also ohne besondere Vorsichtsmassnahmen arbeiten.

Es wurde auch festgestellt, dass beim Filtrieren der Stärkelösung durch Papier (Munktell 1 F) keine Verluste eintreten. Nach *Nielsen* [3]) eignet sich auch das Papier Whatman Nr. 1 gut für diese Filtration. Bei der Stärkebestimmung in Margarine ist es notwendig, das ungelöste Eiweiss aus der Lösung abzutrennen. Wenn man unsicher ist, ob die Stärke völlig herausgelöst worden ist, kann man nach dem Filtrieren das Filter mit Jodlösung prüfen. Wenn der Niederschlag sich blau färbt, soll die Analyse verworfen werden. Kann man die Filtration nicht ohne Verlust ausführen, muss man sie durch Zentrifugierung ersetzen.

### *Bestimmung von Wasser und Fett*

Die Wasser- und Fettbestimmung nach *Wachsmuth* wurde nur wenig modifiziert. Es ergab sich als vorteilhaft, die Zentrifugengläser einige Male während des Trocknens aus dem Exsikkator herauszunehmen und die dünne Schicht von Margarine mit dem Glasstabe umzurühren. Die erste Wägung wird nach 24 Stunden, die zweite nach etwa 40 Stunden vorgenommen. Nur in Ausnahmefällen ist eine dritte Wägung nötig.

Bei der Fettbestimmung wurde auf Eindampfung und Wägung des Ätherextraktes verzichtet, aber das Zentrifugenglas mit dem Rückstand nach der Ätherextraktion im Vakuum kurz getrocknet und dann gewogen. Der Fettgehalt der Probe entspricht dem Gewichtsverlust von Glas + Probe während der Extraktion. In dem ätherunlöslichen Rückstand wird dann die Stärke wie oben beschrieben bestimmt.

### *Resultate mit der neuen Methode*

Die neue Methode für Margarinenanalyse wurde bei einer grösseren Anzahl von Proben mit den alten Methoden zur Bestimmung von Wasser, Fett und Stärke verglichen. Es ergab sich, dass die Analysenwerte von Wasser und Fett im allgemeinen sehr gut übereinstimmen. Die Bestimmung der Stärke scheint aber dem Anfänger einige Schwierigkeiten zu bieten. Man erhält leicht zu niedrige Werte für den Stärkegehalt, vermutlich infolge einer unvollständigen Herauslösung von Stärke mit Perchlorsäure. Wenn man aber durch häufiges Umrühren für einen innigen Kontakt zwischen der klebrigen Fällung und der Säure sorgt, wird die Stärke quantitativ herausgelöst, und die Analysenwerte stimmen mit denen der älteren Methode sehr gut überein.

Es wurden 80 verschiedene Proben schwedischer Margarine nach der neuen und nach den im Anfang dieser Arbeit skizzierten älteren Methoden analysiert. Die Mittelwerte dieser Bestimmungen waren folgende:

| | Neue Methode | Ältere Methode |
|---|---|---|
| Wasser | 15,3 % | 15,4 % |
| Fett | 82,3 % | 82,7 % |
| Stärke | 0,19 % | 0,19 % |

Die Übereinstimmung zwischen den Methoden ist also sehr befriedigend. Nur die Werte des Fettgehaltes gehen um rund 1/2 % auseinander. Eine statisti-

sche Bearbeitung des Versuchsmaterials (die ich Herrn Prof. *E. Abramson* verdanke) zeigte, dass dieser Unterschied signifikant ist. Es handelt sich also um einen reellen aber kleinen Unterschied zwischen den beiden Methoden zur Fettbestimmung. Die Erklärung ist vielleicht, dass man bei der älteren Methode das Fett bei 100° trocknet, wobei man mit Oxydation rechnen muss. Weniger wahrscheinlich ist, dass bei der neuen Methode der Rückstand nach dem dritten Ätherauszug noch messbare Mengen von Fett enthalten sollte. Wenn von 25 ml Äther nach jeder Extraktion und Abhebern des Äthers 1 ml im Zentrifugenglase zurückbleibt, sollten nach der dritten Extraktion mehr als 99,99 % des Fettes entfernt worden sein. Für praktische Zwecke ist aber der Unterschied der beiden Methoden ohne grössere Bedeutung. Ein Laborant kann mit der neuen Methode in derselben Zeit mehr als doppelt so viele vollständige Analysen ausführen wie mit den älteren Methoden. Der Verbrauch von Lösungsmitteln wird auch bei der neuen Methode auf weniger als ein Zehntel reduziert.

## *Beschreibung der Methode*

*Vorbereitung der Probe:* 100 g Margarine werden in einem Glasgefäss mit eingeschliffenem Stopfen in einem Wasserbade auf 30° erwärmt. Die Margarine darf dabei nicht zu schmelzen beginnen. Mit einer Gabel rührt man nun die Probe einige Minuten tüchtig um. Die Probe ist dann zur Einwaage fertig.

*Wasserbestimmung:* In einem Zentrifugenglas von 40—50 ml Volumen wird 1 g der Margarine eingewogen. Die Margarine wird in das Glas mittels eines Glasstabes übergeführt. Sowohl das Zentrifugenglas als auch der Glasstab sollen vor dem Versuche im Vakuum getrocknet und gewogen worden sein. Nach der Wägung streicht man die Margarine mit dem Glasstab zu einer dünnen Schicht auf der Wand des Glases aus. Das Glas wird im Vakuumexsikkator bei Zimmertemperatur bei höchstens 15—20 mm Hg getrocknet. Als Trockenmittel benutzt man Silicagel oder Schwefelsäure. Nach etwa 3 Stunden nimmt man das Glas aus dem Exsikkator und verteilt die Margarine nochmals mit dem Glasstabe. Die Trocknung wird hierauf fortgesetzt. Die erste Wägung wird nach 24, die zweite nach etwa 40 Stunden vorgenommen. Die Trocknung wird bis zur Gewichtskonstanz fortgesetzt. Wassermenge der Probe = Gewichtsverlust von Glas +Stab+Probe.

*Fettbestimmung:* Das Zentrifugenglas mit der getrockneten Margarine wird nun mit 25 ml trockenem, peroxydfreiem Äther versetzt. Man rührt mit dem Glasstabe um, bis alles Fett gelöst ist. Der Stab wird mit Äther abgespült und aus dem Glas entfernt. Man zentrifugiert 15 Minuten in einer Winkelzentrifuge, so dass der unlösliche Rückstand am Boden des Glases schräg festgehalten wird. Der Äther wird durch einen Heber vorsichtig abgesaugt, ohne dass der Rückstand dabei aufgewirbelt und mitgerissen wird. Ein langsames Ausfliessen des Äthers wird durch Verjüngung des Endes des Hebers erreicht. Das Ende des Hebers soll ausserdem ein wenig gebogen sein, so dass es nicht in den ungelösten Rückstand hineintaucht. Etwa 1 ml Äther muss gewöhnlich im Zentrifugenglase zurückbleiben.

Das Waschen mit Äther, Zentrifugieren und Abhebern des Äthers wird noch zweimal wiederholt. Dann wird das Glas mit dem Rückstand im Vakuumexsikkator erst 2 Stunden und anschliessend bis zur Gewichtskonstanz getrocknet. Die Fettmenge der Probe entspricht dem Gewichtsverlust von Glas+Probe nach dem Waschen mit Äther.

*Stärkebestimmung:* Der ätherunlösliche Rückstand wird im Zentrifugenglase mit 3 ml verdünnter Perchlorsäure (70—72 % Säure mit dem gleichen Volumen Wasser verdünnt) übergossen. Mit einem Glasstabe wird kräftig umgerührt, so dass der Niederschlag gegen die Wand gerieben wird und keine grossen Klumpen übrig bleiben. Nach höchstens 15 Minuten wird mit 25 ml Wasser verdünnt, durch Papier in einen 100 ml-Messkolben filtriert, Zentrifugenglas und Filter mit viel Wasser gewaschen und der Kolben bis zur Marke gefüllt. Man prüft das Filter mit Jodlösung auf Abwesenheit von Stärke. Alternativ kann man die Lösung ohne Filtration auf 100 ml verdünnen und dann zentrifugieren. Aus der wässrigen Stärkelösung werden 5 ml herauspipettiert und in einer Küvette mit 1 ml 0,005 N Jod-Jodkaliumlösung gemischt. Am einfachsten benutzt man zylindrische Röhrchen von 10 ml Inhalt als Küvetten. Die Extinktion wird nun mit einem Kolorimeter in rotem Licht (680—700 mμ) gemessen. Als Blindprobe nimmt man ein Gemisch von 5 ml Wasser und 1 ml Jodlösung. Die Temperatur der Lösung soll innerhalb 20—24° liegen. Mit Hilfe einer Eichkurve wird der Stärkegehalt der Probe berechnet.

Die Eichkurve wird, wie oben unter «Kolorimetrische Stärkebestimmung» beschrieben, aufgestellt. Man benutzt die halbverdünnte Perchlorsäure und 10—15 Minuten Auflösungszeit.

## *Zusammenfassung*

Die Methode von *Wachsmuth* zur Bestimmung von Wasser und Fett in Margarine ist ein wenig modifiziert und ausserdem durch eine kolorimetrische Stärkebestimmung ergänzt worden. Alle drei Bestimmungen können mit einer Einwaage von 1 g in viel kürzerer Zeit als nach den älteren Methoden ausgeführt werden. Der Verbrauch von Lösungsmitteln ist auch viel geringer. Die Genauigkeit der Methode ist für die praktische Margarinekontrolle befriedigend.

## *Résumé*

Description d'une modification de la méthode de *Wachsmuth* pour le dosage de l'eau et de la graisse dans la margarine; cette méthode a été, de plus, complétée par un dosage colorimétrique de l'amidon. Ces 3 dosages ne requièrent qu'un gramme de substance et beaucoup moins de temps et une consommation de réactifs beaucoup plus faible que ce n'est le cas avec les anciennes méthodes. Quant à la précision de la méthode elle est satisfaisante pour le contrôle pratique de la margarine.

## *Summary*

Description of a modification of *Wachsmuth's* method for the determination of water and fat in margarine. A method for the colorimetric determination of starch in margarine is also described. These 3 determinations require 1 g of margarine in all. The new procedures are more rapid and less chemical-consuming than the old ones; their precision is satisfactory for the practical control of margarine.

## *Literatur*

[1]) *H. Wachsmuth,* J. pharm. belg. **2**, 172 (1947).
[2]) *J. W. van Dyck* und *M. L. Caldwell,* Anal. Chem. **28**, 318 (1956).
[3]) *J. P. Nielsen,* Ind. Eng. Chem. Anal. Ed. **15**, 176 (1943).