

# **Die Bestimmung des Wassergehaltes in Milch und Milchprodukten mit der Karl-Fischer-Methode. Teil IV, Die Wasserbestimmung in Sauermilchprodukten, Quark und einigen speziellen Milchprodukten nach Karl Fischer im Vergleich zur indirekten Trockenschrankmet...**

Autor(en): **Rüegg, M. / Moor, Ursula**

Objektyp: **Article**

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

Band (Jahr): **77 (1986)**

Heft 4

PDF erstellt am: **12.07.2024**

Persistenter Link: <https://doi.org/10.5169/seals-983400>

## **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.

## Die Bestimmung des Wassergehaltes in Milch und Milchprodukten mit der Karl-Fischer-Methode

### IV. Die Wasserbestimmung in Sauermilchprodukten, Quark und einigen speziellen Milchprodukten nach Karl Fischer im Vergleich zur indirekten Trockenschrankmethode

Determination of the Water Content in Milk and Milk Products by Karl Fischer Titration

IV. Comparison of the Water Content of Fermented Milk Products, Quark and Various Specialities, with Indirect Values Obtained by Drying Oven Methods

*M. Rüegg und Ursula Moor*

Eidg. Forschungsanstalt für Milchwirtschaft, Liebefeld

### Einleitung

Die konventionelle Bestimmung der Trockensubstanz von Sauermilchprodukten ist problematisch, da flüchtige Substanzen, thermische Zersetzung und stark gebundenes Wasser die Resultate beeinflussen. Die für viele Milchprodukte übliche Trocknungstemperatur von 102 °C ist für Sauermilchprodukte zu hoch, da keine Gewichtskonstanz erreicht und ein zu hoher Wassergehalt vorgetäuscht wird. Üblich ist heute die Trocknung bei 87 °C während 2 h (1). Es besteht Grund zur Annahme, dass auch bei dieser Temperatur der Gewichtsverlust vom Säuregrad abhängig ist. Alternativ zur Trocknung bei 87 °C kann die Trockensubstanz von stark sauren Milchprodukten nach Zugabe von Neutralisationsmitteln, z. B. ZnO, bei 98 °–100 °C bestimmt werden (2). Beim Resultat muss die durch die Neutralisation gebildete Menge Wasser berücksichtigt werden. Hierzu wird der Säuregehalt aus dem Säuregrad der Probe angenähert berechnet.

Bei Sauermilchprodukten mit speziellen Zutaten, wie z. B. Zucker und Früchten, kommt es häufig vor, dass auch während des Erhitzens bei der reduzierten Temperatur von 87 °C keine zuverlässigen Werte erhalten werden. Zur Diskussion steht in diesen Fällen die Trocknung im Vakuum bei Temperaturen unter 50 °C, die dann mehrere Tage dauern kann (vgl. z. B. 3).

In der Praxis können die langen Trocknungszeiten hinderlich sein; besonders dann, wenn die Analysenresultate für die Überwachung eines Fabrikationsprozesses rasch benötigt werden. Hierzu kommt die Unsicherheit der unspezifischen Trocknungsmethode, die bei Sauermilchprodukten, saurer Molke (4) und anderen Milchprodukten mit hohem Säuregehalt besonders stark ist.

Unter diesen für die Trockenschrankmethoden ungünstigen praktischen und theoretischen Voraussetzungen scheint es sinnvoll, die Eignung der spezifischen Karl-Fischer-Methode (KF-Methode) zur Wasserbestimmung in den genannten Milchprodukten zu prüfen. In der Fachliteratur sind nur wenige Originalarbeiten zu finden, die ausführlich über die Anwendung von KF-Titratoren und modernen, pyridinfreien KF-Reagenzien für die Wasserbestimmung in Sauermilchprodukten berichten. *Zürcher und Hadorn* (5) fanden in Joghurt nature mit der KF-Titration 3% mehr Wasser als dem Gewichtsverlust nach zweistündiger Trocknung bei 103 °C entsprach. Andere Autoren bestimmten in ungezuckertem Vollmilchjoghurt mit der KF-Methode ebenfalls geringfügig höhere Wassergehalte im Vergleich zu einer Vakuum-Trockenschrankmethode (6). Der Unterschied betrug allerdings nur 0,28%.

Über Quark und die anderen in diese Untersuchung einbezogenen Milchprodukte sind noch weniger Angaben in der Literatur zu finden. In einer älteren Arbeit wurde berichtet, dass die KF-Titration von Quark einen geringfügig höheren Wassergehalt (+ 0,5%) ergab als die Standard-Trockenschrankmethode (7).

Im vorliegenden Bericht werden Resultate vergleichender Untersuchungen in Sauermilchprodukten, Quark, Hüttenkäse und einigen Spezialitäten auf der Basis von Milchreis und Griess vorgestellt. Die Wassergehalte nach der KF-Methode werden jeweils mit den Trocknungsverlusten verglichen, die mit den zurzeit gebräuchlichen Trockenschrankmethoden erhalten werden. Für die besonders problematischen Joghurt mit Zucker- und Fruchtzusätzen wurde eine Vakuum-Trocknungsmethode, für die übrigen Produkte die im Schweiz. Lebensmittelbuch vorgesehenen Methoden angewandt.

## Methodisches

### *Proben und Probenvorbereitung*

Die 34 Joghurt nature stammten aus Cristallina-Taxationen und die übrigen 39 mit Zutaten aus dem Detailhandel. Unter den Joghurt mit Zutaten befanden sich 20 mit verschiedenen Früchten, Nüssen und Zerealien, 9 künstlich gesüsste Diät-Joghurt mager, 3 teilentrahmte mit Früchten, 3 teilentrahmte mit geschmacksgebenden Zutaten, 2 Cristallina Alpha-Star und 2 pasteurisierte Cristallina Yogi-Drink-Produkte sowie 5 Nordische Sauermilchen.

Unter den 20 Quarkproben aus Taxationen und dem Detailhandel waren 9 mit 2 g/kg, 4 mit 250 g/kg und 8 mit 550 g/kg Fett in der Trockenmasse (Mager-, Halbfett- und Rahmquark).

Ebenfalls aus Cristallina-Taxationen oder dem Detailhandel stammten die 7 Hüttenkäse sowie die 5 Cristallina Griessköpfler und 6 aromatisierten Milchreis-spezialitäten.

Die Packungen wurden auf Raumtemperatur aufgewärmt und der gesamte Inhalt unmittelbar vor der Wasserbestimmung in einem gut verschliessbaren Glasgefäss während 3 min homogenisiert (Ultra-Turrax-Homogenisator TP 18/10 mit Schaft 18 N, Janke & Kunkel KG, IKA-Werk, D-7813 Staufen, ausgerüstet mit Schaub Flextour Regulator auf Stufe 7 eingestellt, W. Schaub, CH-4123 Allschwil). Vor jeder Probenbeschickung muss geprüft werden, ob eine Molkenabscheidung oder sonstige Entmischung eingetreten ist und damit erneut homogenisiert werden muss.

### *Karl-Fischer-Titration*

Alle KF-Wasserbestimmungen erfolgten in einem Mettler DL 18 Titrator mit angeschlossener Analysenwaage Mettler AE 163 (Mettler Instrumente AG, CH-8606 Greifensee). Titriert wurde mit dem pyridinfreien Einkomponenten-Reagenz Hydranal Composite 5 (Riedel-de-Haën, Nr. 34805, D-3016 Seelze 1/Hannover) in ein Methanol-Chloroform-Lösungsmittelgemisch (1:1, ca. 40 ml, Merck p. a., Nr. 6012 und Nr. 2445). Die Bestimmung des Titers des KF-Reagenzes erfolgte mit 10 Portionen von 30–40 mg bidestilliertem Wasser (Differenzwägung).

In einem Vorversuch wurde geprüft, ob der relativ hohe Säuregehalt und entsprechend niedrige pH-Wert der Sauermilchprodukte die KF-Titration beeinflussen. Der pH-Wert von Joghurt liegt in der Regel zwischen 3,7 und 4,4, also an der unteren Grenze des für die KF-Reaktion empfohlenen pH-Bereiches von 4–7 (8). In einem Parallelversuch wurden Joghurt nature (pH = 3,75) und Joghurt Citron (pH = 3,60) 5fach im oben erwähnten Methanol-Chloroform-Lösungsmittelgemisch ohne und mit Zugabe von 2 ml Pufferlösung titriert (Hydranal-Puffer pH 6, mit einer Pufferkapazität von 5 mmol Säure pro ml, Riedel-de Haën Nr. 34804). Die Mittelwertsunterschiede der Bestimmungen mit und ohne Puffer von +7,6 und -2,9 g/kg waren statistisch nicht signifikant.

Für eine Bestimmung wurden 1 bis 4 Tropfen (total 30–60 mg) der homogenisierten Proben mit Hilfe einer 2-ml-Plastik-Spritze (Once, Asik, Dänemark) und langer Nadel (0,9 × 70 mm, Terumo, Leuven, Belgien) durch eine Bohrung im Deckel in die austitrierte Vorlage gegeben. Es hat sich bewährt, den Kolben der Spritze nach der Zugabe der 4 Tropfen, noch innerhalb des Titrationsgefässes einige mm zurückzuziehen, damit bei den folgenden Manipulationen keine Substanzverluste auftreten. Die genaue Menge wurde durch Differenzwägung ermittelt. Nach 3 Titrationen wurde die Methanol-Chloroform-Vorlage erneuert. Beim Quark und den Frischkäsen wurde die Titration nach 3 min Rührzeit, bei den übrigen Produkten ohne Warte- oder Rührzeit begonnen. Mit einer Abschaltverzögerung von 15 s wurden nach 3–4 min stabile Titrationsendpunkte erreicht. Die Wasserbestimmung erfolgte bei jeder Probe mindestens 5fach.

## *Gravimetrische Bestimmung der Trockensubstanz*

Mit Ausnahme der Joghurt mit Zutaten verfuhr man zur Bestimmung der Trockensubstanz nach der Vorschrift im Schweiz. Lebensmittelbuch, das heisst es wurde während 2 h bei  $87 \pm 2$  °C getrocknet (1). In Anlehnung an eine bei anderen Produkten übliche, schonende Methode (3) wurden die Joghurt mit Zutaten während 120 h, bei 48 °C und 2 kPa über  $P_2O_5$  getrocknet. Als Gefässe dienten Aluminiumschalen ( $7 \times 2$  cm) mit ca. 20 g Seesand. Nach den 120 h wurde der Vakuumtrockenschrank mit trockener Luft belüftet und die Schalen in einem Exsikkator über  $P_2O_5$  auf Raumtemperatur abgekühlt. Bei allen Proben wurden Doppelbestimmungen durchgeführt. Da die Doppelbestimmungen im gleichen Arbeitsgang durchgeführt wurden, handelte es sich nicht um echte Wiederholungen. Die aus den Doppelbestimmungen berechneten Standardabweichungen unterschätzen deshalb die Methodenstreuung geringfügig. Bei einem Joghurt nature erhöhte sich die relative Standardabweichung von 0,02 auf 0,04% und bei einer Quarkprobe von 0,02 auf 0,03%, als sämtliche Arbeitsschritte wiederholt wurden.

## **Resultate und Diskussion**

### *Joghurt mit Zutaten*

Diese Produkte wurden wie oben beschrieben bei reduziertem Druck und tieferer Temperatur getrocknet. Die Differenzen zwischen den Trocknungsverlusten und dem KF-Wassergehalt können deshalb nicht mit denjenigen der übrigen Produkte verglichen werden. Die Wassergehalte lagen im Bereich von 712,9 bis 878,4 g/kg (Tabelle 1). Die Unterschiede zwischen den Werten aus der KF- und der Trockenschrankmethode streuten ungefähr im gleichen Mass wie bei Joghurt nature, waren jedoch statistisch nicht signifikant, das heisst die beiden Methoden ergaben durchschnittlich übereinstimmende Wassergehaltswerte (Tabelle 2).

Die Einzelbestimmungen streuten etwas mehr als bei Joghurt nature, wahrscheinlich wegen der vergleichsweise schlechteren Homogenität der Joghurt mit Zutaten (Tabelle 3).

### *Joghurt nature*

Der Wassergehalt der 34 Joghurt nature schwankte zwischen 846,9 und 870,6 g/kg, und der Mittelwert betrug 858,4 g/kg. Ein Vergleich der Wassergehalte mit denjenigen der Trockenschrankmethode ist in Tabelle 1 und 2 zu finden. Die Gewichtsverluste im Trockenschrank waren durchschnittlich um 5,7 g/kg grösser als dem Wassergehalt nach KF entsprach. Dieser systematische Unterschied war statistisch signifikant und unabhängig von der Herkunft und dem Wassergehalt der nature Joghurt. Bei Butter wurde ein ähnlicher systematischer

Unterschied festgestellt (9), der hauptsächlich auf dem Verlust flüchtiger organischer Bestandteile während des Trocknungsprozesses beruht. Die relativen Standardabweichungen der beiden Methoden sind aus Tabelle 3 ersichtlich. Die Doppelbestimmungen im Trockenschrank ergaben eine relative Streuung von nur 0,02%. Es gilt allerdings zu berücksichtigen, dass es sich nicht um echte Wiederholungen handelte, da beide Proben im gleichen Arbeitsgang getrocknet wurden. Die relative Standardabweichung lag bei der KF-Methode deutlich unter 1% (0,58%).

Tabelle 1. Wassergehalte der verschiedenen Milchprodukte und Spezialitäten

Produkt-Gruppe	Anzahl	Wassergehalt, g/kg			
		Karl Fischer		Trockenschrank <sup>1</sup>	
		Mittelwert	Bereich <sup>2</sup>	Mittelwert	Bereich
Joghurt mit Zutaten	39	785,0	712,9–878,4	785,7	712,1–875,3
Joghurt nature	34	858,4	846,9–870,6	864,1	849,9–879,6
Nord. Sauermilch	5	842,7	815,9–886,2	842,4	827,8–890,4
Quark	20	797,6	719,2–857,3	789,1	704,8–843,0
Hüttenkäse	7	802,6	781,7–820,9	801,6	787,7–816,4
Griessspezialität	5	742,7	737,5–747,4	742,5	738,9–749,3
Milchreisspezialität	6	709,2	694,3–725,1	711,4	694,9–723,4

<sup>1</sup> Joghurt mit Zutaten: 120 h, 48 °C und 2 kPa.

Übrige Produkte: 2 h, 87 °C, ohne Vakuum.

<sup>2</sup> Kleinster Wert – Grösster Wert

### *Nordische Sauermilch*

Die Differenzen zwischen den Wasserbestimmungen nach KF und der Trockenschrankmethode streuten relativ stark. Innerhalb der Methodenstreuung lieferten beide Methoden vergleichbare Resultate. Die relative Standardabweichung der KF-Bestimmungen war besser als 1% (0,82%, Tabellen 2 und 3).

### *Quark*

Die Trocknungsverluste nach 2 h bei 87 °C waren beim Quark systematisch kleiner, als es dem nach KF bestimmten Wassergehalt entsprach. Der mittlere Unterschied betrug 8,5 g/kg, unabhängig von der Fettgehaltsstufe. Im Trockenschrank wurde das Wasser demnach nur unvollständig entfernt. Aus Tabelle 2 geht hervor, dass die Differenzen zwischen den KF- und Trockenschrankwerten stark streuten: die Standardabweichung der Differenzen betrug 9,3 g/kg. Es war schwierig, homogene Suspensionen zu erhalten. Dies dürfte der Hauptgrund sein, weshalb die relative Standardabweichung von durchschnittlich 1,16% grösser als bei den Sauermilchprodukten war.

**Tabelle 2.** Vergleich der Wasserbestimmung in einigen Milchprodukten und Spezialitäten nach Karl-Fischer- und Trockenschrankmethode

Produkt-Gruppe	Wassergehalts-Differenz, g/kg (Trockenschrank-KF)		Methodenstreuung, g/kg <sup>1</sup> (Standardabweichung)			
			Karl Fischer		Trockenschrank <sup>2</sup>	
	Mittelwert	Standard- abweichung	Median	Inter- quartilbereich	Median	Inter- quartilbereich
Joghurt mit Zutaten	0,7 n.s.	5,1	5,5	3,3– 7,5	0,3	0,1–0,6
Joghurt nature	5,7	5,2	5,0	3,6– 6,2	0,2	0,1–0,4
Nord. Sauermilch	–0,2 n.s.	8,9	6,9	5,5– 9,1	0,1	0,1–0,3
Quark	–8,5	9,3	9,4	6,5–11,0	0,2	0,1–0,5
Hüttenkäse	–1,0 n.s.	7,6	11,6	7,8–13,6	0,3	0,2–0,4
Griess- und Reisspezialitäten	1,1 n.s.	6,5	8,6	7,4– 9,6	0,2	0,1–0,3

<sup>1</sup> Aus 5- bis 6-fach-Bestimmungen bei KF und Doppelbestimmungen im Trockenschrank.

(Da die Doppelproben im gleichen Arbeitsgang getrocknet wurden, handelt es sich bei der Trockenschrankmethode nicht um echte Doppelbestimmungen.)

<sup>2</sup> Joghurt mit Zutaten: 120 h, 48 °C und 2 kPa  
Übrige Produkte: 2 h, 87 °C, ohne Vakuum.

n.s. = Unterschied statistisch nicht signifikant.

**Tabelle 3.** Mittlere, relative Standardabweichung der Wasserbestimmung nach Karl Fischer und der Trockenschrankmethode für verschiedene Milchprodukte

Produkt-Gruppe	Relative Standardabweichung, % <sup>1</sup>	
	Karl Fischer	Trockenschrank <sup>2</sup>
Joghurt mit Zutaten	0,75	0,06
Joghurt nature	0,58	0,02
Nordische Sauermilch	0,82	0,02
Quark	1,16	0,03
Hüttenkäse	1,45	0,04
Griess- und Reisspezialitäten	1,19	0,03

<sup>1</sup> Geschätzt durch: Median der Standardabweichung/Median der Wassergehalte × 100.

<sup>2</sup> Joghurt mit Zutaten: 120 h, 48 °C, 2 kPa.  
Übrige Produkte: 2 h, 87 °C, ohne Vakuum.

## *Hüttenkäse*

Beim Hüttenkäse lieferten beide Methoden vergleichbare Wassergehalte. Die KF-Bestimmungen und die Differenzen zwischen den Werten beider Methoden streuten mehr als bei den übrigen Produkten (Tabellen 2 und 3). Die relative Standardabweichung der KF-Bestimmungen betrug im Mittel 1,45%.

## *Griess- und Reis-Spezialitäten*

Diese Spezialprodukte hatten Wassergehalte zwischen 694,3 und 747,4 g/kg. Die Trocknungsverluste nach 2 h bei 87 °C entsprachen innerhalb der Methodenstreuung den KF-Wassergehalten. Die mittlere, relative Standardabweichung der KF-Bestimmungen betrug 1,19%.

## **Schlussfolgerungen**

Die automatische KF-Titration eignet sich auch zur raschen Wasserbestimmung in Milchprodukten, bei denen aufgrund von Zutatzen oder hohen Säuregehalten die indirekten Trockenschrankmethoden empirische, z. T. unzuverlässige Werte liefern. Die übliche Trocknung bei 87 °C während 2 h ergibt bei Hüttenkäse, Nordischer Sauermilch sowie Milchreis- und Griessspezialitäten mit den KF-Wassergehalten vergleichbare Trocknungsverluste. Ebenfalls entspricht bei den Joghurt mit Zutatzen der Gewichtsverlust nach 120 h Vakuum-Trocknung bei 48 °C im Mittel dem KF-Wassergehalt. Bei Joghurt nature wird der Wassergehalt durch indirekte Bestimmung über die Trockenmasse um durchschnittlich 5,7 g/kg überschätzt, beim Quark dagegen um 8,5 g/kg unterschätzt. Bei den gut homogenisierbaren Sauermilchprodukten liegen die relativen Standardabweichungen der KF-Bestimmungen in der Regel unter 1%, bei Quark, Hüttenkäse, Milchreis- und Griessspezialitäten etwas höher, aber immerhin noch unter 1,5%. Die relativen Standardabweichungen für die Bestimmungen der Trocknungsverluste sind wesentlich kleiner. In der vorliegenden Untersuchung betragen sie je nach Produktgruppe 0,02 bis 0,06%. Zum beträchtlichen Unterschied in der Methodenstreuung tragen verschiedene Umstände bei. Es ist u. a. zu berücksichtigen, dass die KF-Methode auf einer potentiometrischen Titration und die Bestimmung der Trockenmasse auf der grundsätzlich exakteren Gravimetrie beruht. Zudem handelt es sich bei der KF-Titration um eine Mikro- und bei der Trockenmassebestimmung um eine Makromethode. Mikromethoden sind grundsätzlich empfindlicher für Inhomogenitäten im Probenmaterial, erlauben dagegen die Untersuchung feiner zonaler Unterschiede. Die Hauptvorteile der KF- gegenüber der empirischen Trockenschrankmethode liegt in der Spezifität für Wasser und der dadurch bedingten Genauigkeit der Resultate sowie dem geringeren Arbeitsaufwand für Einzelbestimmungen.



## Dank

Wir danken Frau *H. Haldi* für die sorgfältige Durchführung der Trockensubstanz-Bestimmungen nach der Vorschrift im Schweiz. Lebensmittelbuch und Herrn Dr. *J. O. Bosset* für wertvolle Kommentare beim Redigieren des Manuskriptes.

## Zusammenfassung

Der Wassergehalt von Joghurt nature, Joghurt mit verschiedenen Zutaten, Nordischer Sauermilch, Quark, Hüttenkäse sowie Spezialitäten auf der Basis von Milchreis und Griess wurde direkt mit einem automatischen KF-Titrator und indirekt durch Trocknung bestimmt. Die KF-Titration erfolgte mit einem kommerziellen, pyridinfreien Einkomponenten-Reagenz in einem Methanol/Chloroform-Gemisch (1:1). Mit Ausnahme der Joghurt mit Zutaten wurden die Trocknungsverluste nach 2 h bei 87 °C bestimmt. Für die Joghurt mit Zucker und weiteren Zutaten wurde eine Vakuum-Trocknungsmethode angewandt (120 h, 48 °C, 2 kPa). KF- und Trockenschrankmethode ergaben bei Joghurt mit Zutaten, Nordischer Sauermilch, Hüttenkäse sowie Griess- und Reisspezialitäten innerhalb der Messstreuung übereinstimmende Wassergehalte. Bei Joghurt nature wurde mit der KF-Titration durchschnittlich 5,7 g/kg weniger, bei Quark im Mittel 8,5 g/kg mehr Wasser gefunden als den Trocknungsverlusten nach 2 h bei 87 °C entsprach. Die relative Standardabweichung der KF-Bestimmungen betrug bei den Sauermilchprodukten durchschnittlich 0,6 bis 0,8%, bei den übrigen Produkten 1,2 bis 1,4%. Die aus den Doppelbestimmungen berechneten relativen Standardabweichungen der Trockenschrankmethoden betragen im Mittel 0,02 bis 0,06%.

## Résumé

La teneur en eau de yoghourts nature, de yoghourts avec différents ingrédients, de divers produits laitiers fermentés, de sérés, de fromages frais ainsi que de spécialités à base de riz au lait et de semoule ont fait l'objet de dosages parallèles, soit directs selon Karl Fischer (titrages KF automatisés) et indirects par gravimétrie après séchage (détermination de l'extrait sec). Les titrages selon KF ont été effectués à l'aide d'un réactif combiné du commerce, exempt de pyridine, dans un mélange dissolvant méthanol et chloroforme (1:1). Les yoghourts avec ingrédients (sucre ou autre) ont été séchés à l'étuve à vide (120 h, 48 °C, 2 kPa) eu égard à leur thermolabilité; les autres produits considérés ont été séchés pendant 2 h à 87 °C. A l'exception des yoghourts nature dont la teneur en eau selon KF se situe en moyenne 5,7 g/kg trop basse comparée à celle déterminée à l'étuve et à l'exception des sérés, en moyenne 8,5 g/kg trop haute (différences significatives dans les deux cas) les autres produits analysés donnent des résultats statistiquement concordant, aux erreurs analytiques près. L'erreur relative de dosage de l'eau est de l'ordre de 0,6 à 0,8% selon KF pour les produits acidifiés, voire de 1,2 à 1,4% pour quelques produits moins homogènes, contre 0,02 à 0,06% pour la méthode à l'étuve. La première méthode se caractérise par sa nature «micro», sa spécificité pour l'eau et son exactitude, la seconde, de nature «macro», par sa grande précision, mais également par son caractère très empirique.

## Summary

The water content of various fermented milk products, quarg, cottage cheese, rice- and semolina-pudding like products was determined directly by Karl Fischer (KF) titration and indirectly by drying. KF titration was carried out using a pyridin-free, one component reagent and a methanol/chloroform (1:1) solvent mixture. Yogurts containing sugar, fruits and other additives were dried in a vacuum-oven (120 h, 48 °C, 2 kPa). All other products were dried at 87 °C during 2 h. Within experimental error KF- and drying oven methods revealed similar results for sweetened yogurts with fruits and other additives, sour milk, cottage cheese, rice- and semolina-pudding like products. In plain yogurt the KF-values were on the average 5.7 g/kg lower and in quarg 8.5 g/kg higher than the weight losses obtained after drying. The average relative standard deviation of the KF-determinations was 0.6% to 0.8% for yogurts and sour milk and 1.2% to 1.4% for the less homogeneous other products. The corresponding values for the drying oven methods were in the range of 0.02% to 0.06%. It must be considered, that the latter values were calculated from double determinations which were carried out simultaneously and thus underestimate the true experimental error.

## Literatur

1. Schweiz. Lebensmittelbuch, 5. Auflage, 2. Band, Kapitel 2, Methode 2B/02 und 2A/02. Eidg. Drucksachen- und Materialzentrale, Bern 1973.
2. AOAC, Methode Nr. 7.008 V. Moisture in highly acid milk by-products.
3. Norm ISO 1446—1978. Green coffee-determination of moisture content (Basic reference method).
4. *Thomasow, J., Mrowetz, G. und Delfs, E.-M.*: Die Bestimmung des Wassergehalts von getrockneten Milchprodukten mit Hilfe der Karl-Fischer-Titration. *Milchwissenschaft* **27**, 76—81 (1972).
5. *Zürcher, K. und Hadorn, H.*: Wasserbestimmung nach Karl Fischer an verschiedenen Lebensmitteln. *Deutsche Lebensm.-Rundsch.* **77**, 343—355 (1981).
6. *Koizumi, H., Yasui, A. und Tsutsumi, C.*: Determination of moisture in food: application of Karl Fischer method using high factor KF reagent to high-moisture foods. *J. Jap. Soc. Food Sci. Technol.* **31**, 465—469 (1984).
7. *Kummetat, K. und Demmler, G.*: Über zwei Schnellmethoden zur Bestimmung des Wassergehaltes in Molkereiprodukten. *Milchwissenschaft* **4**, 111—115 (1949).
8. *Scholz, E.*: «Karl-Fischer-Titration», Kapitel 6.2. Springer-Verlag, Berlin 1984.
9. *Rüegg, M. und Moor, U.*: Die Bestimmung des Wassergehaltes in Milch und Milchprodukten mit der Karl-Fischer-Methode. III. Die Wasserbestimmung in Butter nach Karl Fischer im Vergleich zur Trockenschrankmethode. *Mitt. Gebiete Lebensm. Hyg.* **77**, 446—451 (1986).

Dr. M. Rüegg  
Ursula Moor  
Eidg. Forschungsanstalt für Milchwirtschaft  
CH-3097 Liebefeld