

# **Ersatz von halogenierten Lösungsmitteln bei der Bestimmung der fettfreien Trockenmasse in Butter = Replacement of organochlorine solvents for the determination of solids not-fat in butter**

Autor(en): **Badertscher, R. / Geisinger, Marie-Louise / Gerber, P.**

Objektyp: **Article**

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

Band (Jahr): **84 (1993)**

Heft 4

PDF erstellt am: **12.07.2024**

Persistenter Link: <https://doi.org/10.5169/seals-982144>

## **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.

**Kurze Mitteilung – Communication brève**

**Ersatz von halogenierten Lösungsmitteln bei der  
Bestimmung der fettfreien Trockenmasse in Butter**

Replacement of Organochlorine Solvents for the Determination of Solids  
Not-Fat in Butter

*R. Badertscher und Marie-Louise Geisinger*  
Eidg. Forschungsanstalt für Milchwirtschaft, Liebefeld-Bern

*P. Gerber*  
Butyra AG, Bern

**Einleitung**

Für die Qualitätsbeurteilung von Butter wird in der Routine auch die fettfreie Trockenmasse (ffTM) bestimmt. Das bei der Fettextraktion verwendete Lösungsmittel ist aus toxikologischen und ökologischen Überlegungen in den letzten Jahren ständig angepasst worden. Ersetzt wurden bis heute Tetrachlorkohlenstoff durch Chloroform und dieses durch 1,1,1-Trichlorethan (1). Mit der vorliegenden Arbeit soll der Ersatz von 1,1,1-Trichlorethan durch n-Hexan+Isopropanol 3+2 (v/v) (3) überprüft werden.

**Experimenteller Teil**

*Probenwahl*

60 Butterproben mit unterschiedlichen Fettgehalten und verschiedener Herkunft wurden in diese Untersuchung einbezogen (Tabelle 1).

*Tabelle 1.* Spannbreite der fettfreien Trockenmasse der untersuchten Butterproben

Bezeichnung	ffTM-Bereich in g/kg		
Käsereibutter	7,5	–	9,0
Sirtenrahmbutter	8,5	–	14,5
Kochbutter	10,5	–	15,0
Vorzugsbutter	12,0	–	15,0
Importbutter	14,0	–	17,5
gesalzene Butter	17,0	–	20,0
Alpbutter	6,5	–	24,0

Um eine möglichst lückenlose Bandbreite der Gehalte zu erhalten, wurden diverse Proben gemischt. So konnte ein Wertebereich der ffTM von 4,50 bis 24,00 g/kg abgedeckt werden.

### *Analysenmethode*

Die Bestimmung der fettfreien Trockenmasse erfolgte nach der im Schweiz. Lebensmittelbuch (2) aufgeführten Methode. Einige Arbeitsschritte, insbesondere die Probenvorbehandlung und die Fettextraktion, werden unten noch präziser beschrieben.

### *Reagenzien*

1,1,1-Trichlorethan p.A.	Merck Nr. 8749
n-Hexan p.A.	Merck Nr. 4367
Isopropanol p.A.	Merck Nr. 9634

### *Geräte*

Analysenwaage Mettler AT 400 (Messbereich: 0...405 g; Ablesbarkeit:  $\pm 0,1$  mg)  
 Filtertiegel 10D-3 (Duran,  $\varnothing$ : 25 mm, H. 35–45 mm)  
 Trockenschrank:  $102 \pm 2$  °C  
 Glaszylinder ( $\varnothing$  4 cm, H. 14 cm) mit Stopfen

### *Probenvorbehandlung*

Butter vor der Analyse bei 15 °C lagern. Aus der Mitte eines Buttermödelis in Längsrichtung ein ca. 1 cm breites Stück ausschneiden, an beiden Enden ca. 1 cm entfernen, in den Glaszylinder geben und diesen mit dem Stopfen verschliessen. Die Butter im Glaszylinder mit Hilfe eines dicken Glasstabes oder eines Butterhomogenisators homogenisieren (Vorsicht: falls länger als 1 min homogenisiert wird, besteht die Gefahr, dass sich die Buttermasse entmischt). Mit dem Glasstab über die Wandung des Glaszylinders fahren, so dass beim Herausnehmen eine ca. 1,5 cm dicke Butterschicht haften bleibt. Mit einem Spatel ein 2–3 g schweres Stück Butter entnehmen und im Filtertiegel auf 1 mg genau wägen.

## Trocknung und Extraktion

Als Extraktionsmittel diente

- a) bei der herkömmlichen Methode : 1,1,1-Trichlorethan
- b) bei der vorgeschlagenen Methode: Hexan+Isopropanol 3+2 (v/v)

Die Butter im Tiegel im Trockenschrank während 4 h bei 102 °C trocknen. Warme Tiegel mit dem Extraktionsmittel füllen und warten, bis die Hälfte des Lösungsmittels abgefließen ist. Die andere Hälfte auf der Saugflasche absaugen und mehrmals mit total ca. 50 ml Extraktionsmittel nachspülen. Ohne Vakuum erneut den Tiegel bis zur Hälfte mit Extraktionsmittel füllen, den Bodensatz aufwirbeln und anschliessend gut absaugen. Den äusseren unteren Teil des Tiegels mit dem Extraktionsmittel abspülen. Während 1 h bei 102 °C trocknen (Umluftfunktion sollte ausgeschaltet sein). Anschliessend 1 h im Exsikkator auf Raumtemperatur abkühlen lassen und zurückwägen.

## Resultate und Diskussion

Abbildung 1 zeigt den Vergleich der ffTM-Werte, die mit den unterschiedlichen Extraktionsmitteln erhalten wurden. Bei fünf Proben traten etwas grössere Differenzen auf. Diese Werte sind dafür verantwortlich, dass mit der klassischen Regressionsanalyse die beiden Extraktionsmethoden auf dem 95%-Niveau nicht unterschieden werden. Diese beruht auf der Methode der kleinsten Quadrate und

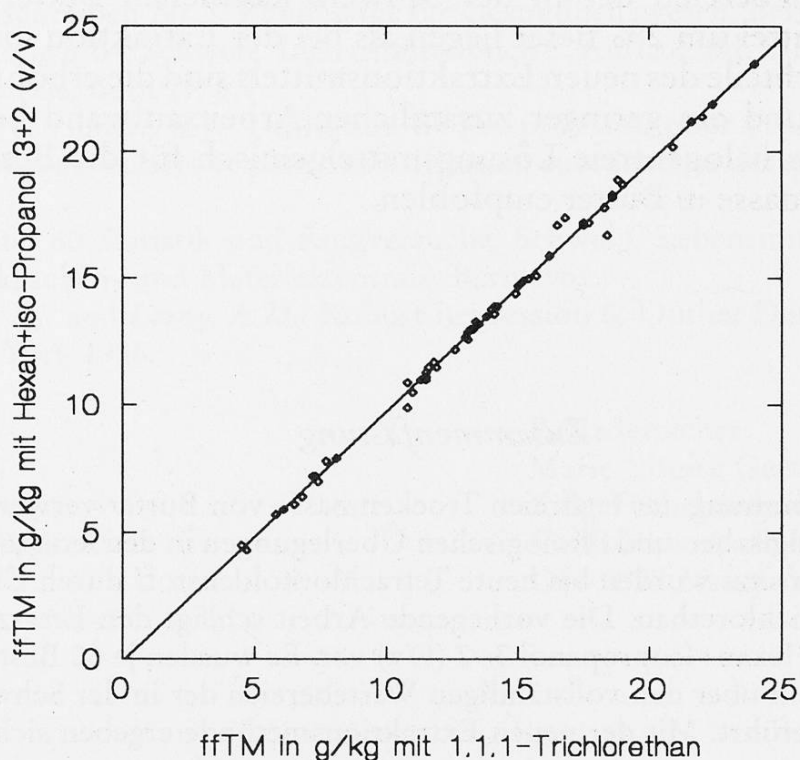


Abb. 1. Vergleich der ffTM-Bestimmung in Butter mit unterschiedlichen Extraktionsmitteln

reagiert empfindlich auf geringe Abweichungen von der Normalverteilung. Robuste Regression (4, 5), die nur genähert normalverteilte Daten voraussetzt und schlechtere Messungen etwas weniger stark gewichtet, unterscheidet die beiden Extraktionsmethoden. Mit der neuen Methode ergeben sich so Werte, die im Mittel 2% tiefer liegen.

Die Regressionsgerade weist folgende Parameter auf:

- Anzahl Wertepaare = 60
- Steigung  $\beta$  (klassisch) = 0,983 (Standardfehler = 0,0084)
- Steigung  $\beta$  (robust) = 0,980 (Standardfehler = 0,0041)
- Nullpunktsordinate  $\alpha$  (klassisch) = -0,083 g/kg (Standardfehler = 0,0123)
- Nullpunktsordinate  $\alpha$  (robust) = -0,048 g/kg (Standardfehler = 0,0060)

Sowohl mit der klassischen als auch mit der robusten Methode lässt sich die Nullpunktsordinate statistisch nicht von Null unterscheiden.

### Schlussfolgerung

In Zukunft muss aus toxikologischen und ökologischen Überlegungen 1,1,1-Trichlorethan als Fettlösungsmittel bei der Bestimmung der fettfreien Trockenmasse in Butter ersetzt werden. Als Ersatz wird ein Gemisch aus n-Hexan+Isopropanol im Verhältnis 3+2 (v/v) vorgeschlagen. Mit diesem Gemisch werden über den vollständigen Wertebereich der in der Schweiz käuflichen Buttersorten Werte erhalten, die im Mittel um 2% tiefer liegen als bei der Extraktion mit 1,1,1-Trichlorethan. Zwei Nachteile des neuen Extraktionsmittels sind die erhöhte Brand- und Explosionsgefahr und ein geringer zusätzlicher Arbeitsaufwand beim Mischen. Trotzdem wird das halogenfreie Lösungsmittelgemisch für die Bestimmung der fettfreien Trockenmasse in Butter empfohlen.

### Zusammenfassung

Das bei der Bestimmung der fettfreien Trockenmasse von Butter verwendete Lösungsmittel ist aus toxikologischen und ökologischen Überlegungen in den letzten Jahren ständig angepasst worden. Ersetzt wurden bis heute Tetrachlorkohlenstoff durch Chloroform und dieses durch 1,1,1-Trichlorethan. Die vorliegende Arbeit schlägt den Ersatz von 1,1,1-Trichlorethan durch n-Hexan+Isopropanol 3+2 (v/v) vor. Es wurden je 60 Bestimmungen mit beiden Lösungsmitteln über den vollständigen Wertebereich der in der Schweiz käuflichen Buttersorten durchgeführt. Mit der neuen Extraktionsmethode ergeben sich Werte, die im Mittel 2% tiefer liegen.

## Résumé

Au fil des ans, le solvant utilisé pour le dosage de l'extrait sec non gras du beurre a été remplacé plusieurs fois pour des raisons écologiques et toxicologiques. On a remplacé le tétrachlorure de carbone par le chloroforme, puis celui-ci par le 1,1,1-trichloréthane. Dans le présent travail il est proposé d'utiliser un mélange de n-hexane+isopropanol 3+2 (v/v). Avec chaque solvant, on a effectué 60 déterminations couvrant toute la gamme de concentration en solides non-gras des beurres vendus en Suisse. La nouvelle méthode d'extraction fournit des résultats inférieurs de 2% en moyenne.

## Summary

During recent years the organic solvents which were used in the determination of the solids not-fat of butter have been changed twice for reasons of toxicity and environmental pollution. Carbon tetrachloride has first been replaced by chloroform and then by 1,1,1-trichloroethane. This study suggests the replacement of 1,1,1-trichloroethane by a solvent mixture of n-hexane and isopropanol 3+2 (v/v). 60 determinations were performed with both solvents over the full range of solids not-fat levels in Swiss butter samples. The results obtained by the new extraction method are on the average 2% lower.

## Literatur

1. N.N.: Kreisschreiben Nr. 1, Bundesamt für Gesundheitswesen, Bern, 3. März 1980.
2. N.N.: Methode 6/04. Schweiz. Lebensmittelbuch 5. Aufl., 2. Bd. Eidg. Drucksachen- und Materialzentrale, Bern 1973.
3. Wolff, R.L. et Fabien, R.J.: Utilisation de l'isopropanol pour l'extraction de la matière grasse de produits laitiers et pour l'estérification subséquente des acides gras. *Le Lait* **69**, 33-46 (1989).
4. N.N.: Kapitel 60 Statistik und Ringversuche, Schweiz. Lebensmittelbuch Neuausgabe. Eidg. Drucksachen- und Materialzentrale, Bern 1989.
5. Rousseeuw, P.J. and Leroy, A.M.: Robust Regression & Outlier Detection. John Wiley & Sons, New York 1986.

P. Gerber  
Butyra AG  
Wildhainweg 9  
CH-3001 Bern

R. Badertscher  
Marie-Louise Geisinger  
Eidg. Forschungsanstalt  
für Milchwirtschaft  
CH-3097 Liebefeld-Bern