Zeitschrift: Mitteilungen aus dem Gebiete der Lebensmitteluntersuchung und

Hygiene = Travaux de chimie alimentaire et d'hygiène

Herausgeber: Bundesamt für Gesundheit

Band: 2 (1911)

Heft: 7

Artikel: Schweizerisches Lebensmittelbuch : Anträge für die Revision des

Abschnittes Milch

Autor: Schweizerischer Verein analytischer Chemiker

DOI: https://doi.org/10.5169/seals-984320

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: 13.12.2025

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

MITTEILUNGEN

AUS DEM GEBIETE DER

LEBENSMITTELUNTERSUCHUNG UND HYGIENE

VERÖFFENTLICHT VOM SCHWEIZ. GESUNDHEITSAMT

TRAVAUX DE CHIMIE ALIMENTAIRE ET D'HYGIÈNE

PUBLIÉS PAR LE SERVICE SANITAIRE FÉDÉRAL

: Schweiz Fr. 8. — per Jahrg. — Ausland Fr. 10. — oder M. 8. —. Suisse fr. 8. — par année. — Etranger fr. 10. — ou M. 8. —. Preis einzelner Hefte Fr. 1. 50 (Ausland M. 1. 50). Prix des fascicules fr. 1. 50 (étranger M. 1. 50). ABONNEMENT:

BAND II

1911

HEFT 7

Schweizerisches Lebensmittelbuch.

Anträge für die Revision des Abschnittes Milch.

Im Auftrage des Schweiz. Departements des Innern bearbeitet vom Schweiz. Verein analytischer Chemiker.

I. Definition.

Unter der allgemeinen Bezeichnung Milch verstehen wir Kuhmilch mit unverändertem Gehalt (sogenannte Vollmilch oder ganze Milch), wie sie von richtig genährten Kühen durch regelmässiges, ununterbrochenes und vollständiges Ausmelken gewonnen wird.

II. Vorschriften betreffend die Probenentnahme.

Zu Gehaltsbestimmungen, insbesondere zum Nachweis von Verfälschungen.

Vor der Entnahme der Probe ist eine genügende Durchmischung der Milch unerlässlich. Dieselbe wird bewirkt durch gründliches Umrühren mit geeigneten Instrumenten oder mehrfaches Uebergiessen von einem Gefäss in ein anderes.

Ist die Milch teilweise gefroren, so muss dieselbe vor dem Durchmischen bis zum vollständigen Schmelzen des Eises erwärmt werden. Es kann auch nur ein Teil der Milch erwärmt und dieser dann der übrigen Milch vor dem Durchmischen wieder zugesetzt werden. In keinem Falle darf aber die Erwärmung 50° überschreiten.

Wird geronnene Milch zur Untersuchung auf Verfälschungen eingesandt, so ist dieselbe im Laboratorium durch Zusatz einer Mischung von Ammoniak und Natronlauge vom spezifischen Gewichte 1,000 bis zur deutlich alkalischen Reaktion und durch starkes Umschütteln wieder zu verflüssigen. Das Ammoniak-Natrongemisch besteht aus 32 cm³ Natronlauge (sp. G. 1,34) und 225 cm³ Ammoniak (sp. G. 0,93).

Zur Konservierung von Milchproben im Laboratorium für später auszuführende Untersuchungen wird empfohlen, 1 cm³ Formaldehyd von 35% auf 1 L Milch zuzusetzen.

Die Proben sind in der Regel direkt aus den Transportgefässen zu entnehmen, sofort zu bezeichnen, möglichst stark abzukühlen und unverzüglich an die Untersuchungsstelle einzuliefern. Diejenigen Proben, welche durch dritte Hand gehen, müssen versiegelt oder plombiert werden.

Die Proben sollen, sofern keine andern Weisungen gegeben worden sind, mindestens ½ L betragen. Es sind dazu nur vollständig saubere Flaschen aus hellem Glase mit reinen Verschlüssen zulässig. Gleichzeitig mit den Untersuchungsobjekten soll der Untersuchungsstelle ein ausführliches, genau abgefasstes Protokoll über die Probenerhebungen mit Angaben über Datum und Tageszeit der Probenfassung, Veranlassung der Einsendung, Zahl der Kühe, Trächtigkeitsverhältnisse, Milchquantum, Fütterung und allfällig vorhandene anormale Verhältnisse zugestellt werden.

In zweifelhaften Fällen ist die Entnahme von Stallproben unerlässlich. Dieselben sind wenn möglich nach 24 Stunden, längstens aber nach drei Tagen zu erheben und auch mit einem Protokoll, wie oben angegeben, zu begleiten. Bei Erhebung der Stallproben ist zu beobachten, dass:

- a) die Milch den gleichen Kühen entnommen wird, wie die verdächtige Probe,
- b) in gewöhnlicher Weise und wenn möglich von derselben Person und in allen Fällen zur gleichen Zeit gemolken wird, wie bei der Entnahme der ersten Probe,
- c) die Kühe vollständig ausgemolken werden,
- d) die Melk- und Transportgefässe vorher rein und leer waren.

In zweifelhaften Fällen, besonders wenn die Milch nur von wenigen oder einer einzigen Kuh stammt, ist die Erhebung einer zweiten und unter Umständen weiterer Stallproben zu empfehlen, die innert 8 Tagen stattfinden soll. Eventuell ist eine tierärztliche Stallinspektion anzuordnen.

Es ist zweckmässig, gelegentlich der Stallprobenentnahme auch eine Wasserprobe zu erheben behufs Prüfung auf Nitrate.

R.

Zum Nachweis von Milchfehlern und Verunreinigungen.

Auch hier sind die Proben entweder direkt aus den Transportgefässen oder eventuell aus den Melkgefässen (Einzelproben) im Stalle zu entnehmen. Vor jeder Erhebung einer neuen Milch sollen Schöpfgefässe, Trichter etc. mit heissem Wasser abgespült werden. Die Flaschen samt Verschluss sollen steril sein, und es sind solche in den Laboratorien immer vorrätig zu halten.

Stallproben sind für derartige Untersuchungen in der Regel nebst der Mischprobe auch von den einzelnen Kühen, eventuell von einzelnen Zitzen zu erheben. Mit der Stallprobenentnahme ist, wenn immer möglich, eine Stallinspektion vorzunehmen, und es sind hierbei besonders Notizen über deren Ergebnisse bezüglich Reinlichkeit, Pflege, Fütterung, Laktationsperiode, Zustand der Euter der Kühe, sowie über Ventilationsverhältnisse und Temperatur des Stalles zu machen.

Bei der zitzenweisen Probenentnahme ist so zu verfahren, dass gleichzeitig aus zwei Zitzen in getrennte Gefässe gemolken wird.

Gleichzeitig mit den Untersuchungsobjekten soll der Untersuchungsstelle ein Protokoll mit den unter A. verlangten Angaben zugestellt werden.

III. Vorzunehmende qualitative Prüfungen und quantitative Bestimmungen.

A. Zum Nachweis von Verfälschungen hat sich die Untersuchung mindestens zu erstrecken auf:

- 1. Sinnenprüfung.
- 2. Bestimmung des spezifischen Gewichtes.
- 3. » des Fettgehaltes.
- 4. » der Trockensubstanz (zur Kontrolle: Berechnung derselben).
- 5. Bestimmung der Refraktometerzahl des Chlorcalciumserums.

 In besonderen Fällen sind ferner auszuführen:
- 6. Bestimmung des spezifischen Gewichtes des Chlorcalciumserums.
- 7. Bestimmung des Gefrierpunktes.
- 8. » des Säuregrades.
- 9. » der Stickstoffsubstanzen.
- 10. » des Milchzuckers.
- 11. » der Mineralstoffe (Asche).
- 12. » der einzelnen Mineralbestandteile (Phosphorsäure, Kalk, Chlor etc.).
- 13. Nachweis von Nitraten.
- 14. » von Konservierungsmitteln.
- 15. » von gekochter Milch.
- B. Zum Nachweis von Milchfehlern und Verunreinigungen sind vorzunehmen:
 - 1. Sinnenprüfung.
 - 2. Bestimmung der Reaktion und des Säuregrades.
 - 3. Alkoholprobe.
 - 4. Prüfung in der Gärprobe.
 - 5. Prüfung mit Labferment (Caseïnprobe).
 - 6. Bestimmung der in der Gärprobe entwickelten Gasmenge (Gärgasapparat).
 - 7. Bestimmung der in der Milch vorhandenen Menge ungelöster Kuhexkremente und anderer mechanisch suspendierter Verunreinigungen (Schmutzprobe).

- 8. Leukocytenprobe und mikroskopische Untersuchung.
- 9. Katalaseprobe.
- 10. Reduktaseprobe.
- 11. Untersuchung auf einzelne Bakterienarten (Tuberkel-, Typhusbazillen, Erreger von Milchfehlern etc.).

Auch hier kann übrigens die Bestimmung des spezifischen Gewichtes und des Fettgehaltes, sowie einzelner Mineralbestandteile (P_2O_5 , CaO, Cl etc.) unter Umständen von Nutzen sein.

Die Wahl der Methoden hat sich nach dem Zwecke (Prüfung für Konsumzwecke oder Käsereitauglichkeit) zu richten.

IV. Methoden der Untersuchung.

A.

I. Sinnenprüfung.

Dieselbe bezieht sich auf Farbe, Konsistenz, Geschmack und Geruch, sowie auf das Vorhandensein suspendierter Stoffe.

2. Bestimmung des spezifischen Gewichtes.

Hierzu können Pyknometer oder Aräometer verwendet werden und es soll dabei die Temperatur der gut durchgemischten Milch möglichst nahe bei 15° liegen und jedenfalls nicht mehr als 20° und nicht weniger als 10° betragen (Korrektionstabelle Nr. 1). Länger gestandene Proben mit kompaktem Rahm müssen vor dem Durchmischen auf 40° erwärmt und nach dem Schütteln wieder abgekühlt werden. Die Bestimmung des spezifischen Gewichtes ist nicht früher als 3 Stunden nach dem Melken vorzunehmen.

Zum Gebrauch in den Laboratorien sind nur kontrollierte gläserne Laktodensimeter zulässig, bei welchen die Teilstriche der ganzen Grade auf der Skala wenigstens 6 mm voneinander entfernt sind. Die Kontrolle der Laktodensimeter soll durch pyknometrische Wägungen hierzu geeigneter Flüssigkeiten stattfinden.

3. Bestimmung des Fettgehaltes.

Hierfür sind folgende Methoden zu empfehlen:

a) Acid-butyrometrische Methode von N. Gerber.¹ In das Butyrometerrohr werden 10 cm³ Schwefelsäure (spez. Gewicht 1,820

¹ N. Gerber, Prakt. Milchprüfung, Bern 1900, S. 44.

bis 1,825), 11 cm³ Milch und 1 cm³ Amylalkohol abpipettiert und tüchtig geschüttelt. Das gut verschlossene Butyrometer wird hierauf während zirka 10 Minuten in ein Wasserbad von 60—70° gestellt und dann 3 Minuten lang zentrifugiert (bei Magermilch zweimal je 5 Minuten). Nach darauffolgendem, zirka 5 Minuten langem Erwärmen im Wasserbad bei 60—70° kann der Fettgehalt direkt abgelesen werden. Der Amylalkohol ist durch einen blinden Versuch auf seine Brauchbarkeit zu prüfen.

- b) Methode von Schmid und Bondzynski. 10 cm³ Milch werden im hierzu speziell konstruierten Kugelrohr mit 10 cm³ rauchender Salzsäure versetzt und bis zum Auflösen der ausgefällten Eiweissstoffe gekocht. Die auf etwa 35° abgekühlte Lösung wird hierauf im gleichen Apparate mit 30—35 cm³ Aether tüchtig durchgeschüttelt und in einem Wasserbade bei 35° zirka eine Viertelstunde stehen gelassen. Sobald die Aetherfettlösung sich von der untern Flüssigkeit genügend scharf abgetrennt hat, was durch Zentrifugieren beschleunigt werden kann, wird ihr Volumen genau abgelesen, 20 cm³ davon in ein Erlenmeyerkölbehen abpipettiert, der Aether verdunstet und das zurückbleibende Fett getrocknet und gewogen. Durch Berechnung unter Berücksichtigung des spezifischen Gewichtes der Milch kann hierauf der Fettgehalt der Milch gefunden werden.¹
- c) Methode von Gottlieb-Röse.² Man misst in ein hierzu konstruiertes Rohr mittelst Pipette 10 cm³ Milch ab und setzt 2 cm³ mindestens zehnprozentiges Ammoniak, 10 cm³ absoluten Alkohol, 25 cm³ Aether und 25 cm³ unter 60° siedenden Petroläther hinzu. Nach jedem dieser Zusätze wird kräftig geschüttelt. Der Zusatz von Petroläther soll erst nach vollständiger Trennung der Aethermilchschicht erfolgen. Hierauf lässt man mindestens 2 Stunden stehen. Von der Aetherschicht, deren Volum erst genau abzulesen ist, werden dann 30—35 cm³ entnommen und in einem tarierten Erlenmeyerkölbehen verdunstet, getrocknet und gewogen. Aus dem gewogenen Fett wird schliesslich unter Berücksichtigung des spezifischen Gewichtes der Milch, des Volumens der zur Verdunstung verwendeten Aetherlösung und des Gesamt-

¹ Ztschr. f. anal. Chem. 1891, S. 728.

² Ztschr. f. anal. Chem. 1893, S. 252.

volums der Aetherlösung der Fettgehalt der Milch in Prozenten berechnet.

Als ein für die Fettbestimmung nach Gottlieb bequem zu handhabender Apparat ist derjenige von Rieter 1 zu empfehlen.

4. Bestimmung der Trockensubstanz.

Hierfür sind 10 cm³ Milch einzudampfen und bei 103° bis zum konstanten Gewicht zu trocknen. Das Resultat wird auf 100 g umgerechnet.

Der Gehalt an Trockensubstanz kann mit hinreichender Genauigkeit auch aus dem spezifischen Gewicht und dem Fett nach der Fleischmann'schen Formel

$$t = 1.2 f + 2.665 \frac{100 s - 100}{s}$$

wobei t = Trockensubstanz, f = Fettgehalt und s = spezifisches Gewicht der Milch, berechnet oder der nach dieser Formel von Siats aufgestellten Tabelle (s. Tabelle Nr. 2) entnommen werden.

Eine kürzere, von *Halenke* und *Möslinger* herrührende und von *Ambühl* vereinfachte Formel, in welcher s das spezifische Gewicht in Laktodensimetergraden bedeutet, ist folgende:

$$t = \frac{5 f + s}{4}$$

Bei Berechnung der Trockensubstanz leistet der automatische Rechner von Ackermann ebenfalls gute Dienste.

5. Bestimmung des spezifischen Gewichtes des Chlorcalciumserums.

Dieselbe ist nach dem Verfahren und mit dem Apparat von Ackermann auszuführen:²

In die hierzu konstruierten Röhren werden je 100 cm³ Milch und 0,83 cm³ Chlorcalciumlösung eingefüllt, kräftig durchgeschüttelt und alsdann die Kühlröhren auf dieselben aufgesetzt. Sobald das Wasser lebhaft siedet, wird der Einsatz mit den Röhren in das Wasserbad hineingeschoben. Während 15 Minuten ist das Wasser in scharfem Sieden zu erhalten, worauf der Einsatz schräg-

¹ Chem. Ztg. 1906, **30**, S. 531.

² Mitteil. a. d. Geb. d. Lebensmittelunters. u. Hyg. 1910, 1, S. 263.

liegend in einer Wanne mit kaltem Wasser abgekühlt wird. Durch Umkippen und Drehen der Röhren wird das Kondenswasser aus den Kühlern heruntergespült und alsdann das Serum abgegossen. Bei Gegenwart von kleinen Flocken ist zu filtrieren. Für Beanstandungen ist das spezifische Gewicht pyknometrisch bei 15/15 zu bestimmen, für Serienuntersuchungen kann das Greiner'sche Serumaraeometer angewendet werden. Aus der Tabelle 4 kann die dem spezifischen Gewicht entsprechende Refraktometerzahl abgelesen werden.

Die zur Koagulation der Milch zu verwendende wässerige Chlorcalciumlösung wird hergestellt, indem man 200 g geschmolzenes Chlorcalcium in 1 L Wasser auflöst und die Lösung genau auf das spezifische Gewicht von 1,1375 einstellt. Sie soll, auf 1:10 verdünnt, bei 17,5° eine Refraktion von 26,0° geben. Damit das gewonnene Serum auch zum Nachweis der Nitrate benützt werden kann, muss die Lösung nitratfrei sein.

6. Bestimmung der Refraktionszahl des Chlorcalciumserums.

Dieselbe ist mittelst des Zeiss'schen Eintauchrefraktometers auszuführen.¹

Die Herstellung des erforderlichen Serums geschieht nach Ackermann² analog derjenigen für das spezifische Gewicht, nur werden hierfür 30 cm³ Milch mit 0,25 cm³ Chlorcalciumlösung angewandt.

Das abgegossene Serum wird direkt benützt zur Bestimmung der Refraktometerzahl bei der Temperatur von genau 17,5°. Die Angaben sind in Graden des Instrumentes auszudrücken.

Milch mit hohem Säuregrad gibt trübes Serum. Dies ist auch oft der Fall bei Milch, die von kranken Kühen stammt.

7. Bestimmung des Gefrierpunktes.

Zur Bestimmung des Gefrierpunktes ist der Beckmann'sche Gefrierpunktbestimmungsapparat ohne Luftmantel anzuwenden.

Die Temperatur des Kühlbades (Wasser, Eis, Kochsalz) soll zwischen —3° und —6° liegen.

¹ Ztschr. f. U. N. G. 1907, 13, S. 186.

² Ztschr. f. U. N. G. 1908, 16, S. 7 u. 1909, 18, 737.

Es ist darauf zu achten, dass das Thermometer derart im Kork befestigt ist, dass es während der ganzen Versuchszeit senkrecht steht und von der Wandung des Milchgefässes gleichmässig entfernt ist. Es ist beständig derart zu rühren, dass der ringtförmige Teil des Rührers die Oberfläche nahezu erreicht, aber nicht überschreitet.

Um einer starken Unterkühlung der Milch vorzubeugen, ist ein Körnchen Eis in die Milch zu bringen, sobald der Quecksilberfaden etwas unter den mutmasslichen Stand des Gefrierpunktes gesunken ist. Wenn die Temperatur nach dem Einwerfen des Eiskörnchens noch mehr als 0,5° sinkt, ist das Gefäss für ganz kurze Zeit aus dem Kühlbad zu heben.

Die Ablesung erfolgt, wenn der Quecksilberfaden nach plötzlichem Steigen zirka 1 Minute konstant geblieben ist. Durch Subtraktion des beim Erstarrungspunkt der Milch abgelesenen Skalagrades von dem bei destilliertem Wasser abgelesenen Skalagrad erhält man die absolute Gefrierpunktserniedrigung der Milch.

Der Nullpunkt des Thermometers, d. h. der Stand des Gefrierpunktes bei destilliertem Wasser ist bei jeder Einzeluntersuchung von Milch zu bestimmen, bei der ununterbrochenen Untersuchung einer Milchserie genügt meist eine einmalige Bestimmung.

8. Bestimmung des Säuregrades.

Siehe Seite 437, Ziffer 2.

9. Bestimmung der Stickstoffsubstanzen.

Die gesamten Albuminate werden nach Kjeldahls Methode mit Verwendung von wenigstens 20 g Milch bestimmt. Dabei wird die Oxydation mittelst 20 cm³ gewöhnlicher Schwefelsäure unter Zusatz von 10 g Kaliumsulfat und 1 g wasserfreies Kupfersulfat empfohlen. Um das Stossen zu vermeiden, kann die Destillation des Ammoniaks mit Wasserdampf oder im Kupferkolben erfolgen. Bei Verwendung von 20 g Milch empfiehlt es sich, 10 cm³ Normalsäure vorzulegen.

Der gefundene Stickstoff ist mit dem Faktor 6,37 zu multiplizieren entsprechend einem N-Gehalt des Caseïns von 15,7%.

Betreffend die Bestimmung von Caseïn und Albumin, sowie von Globulin und den übrigen Stickstoffsubstanzen wird auf König¹ verwiesen.

10. Bestimmung des Milchzuckers.

25 cm³ Milch sind mit 10 cm³ Fehling'scher Kupferlösung (34,64 g kristallisiertes Kupfersulfat auf ½ L) und 1,6—1,9 cm³ N-Natronlauge zu versetzen und auf 500 cm³ zu bringen. Vom sofort entstandenen Niederschlag wird abfiltriert. Das Filtrat darf schwach sauer oder neutral, nicht aber alkalisch sein. 100 cm³ des Filtrates und 50 cm³ Fehling'sche Lösung (siehe bei Wein, S. 448) werden 6 Minuten lang im Sieden erhalten und weiter behandelt nach der Allihn'schen Methode. Der Gehalt an Milchzucker wird der Tabelle Nr. 3 entnommen.

Das polarimetrische Verfahren zur Zuckerbestimmung ist weniger genau.

II. Bestimmung der Mineralstoffe.

10 cm³ Milch werden eingedampft und bei schwacher Rotglut unter den gewöhnlichen Vorsichtsmassregeln verascht.

12. Bestimmung einzelner Mineralbestandteile.

In der Asche wird bestimmt:

Phosphorsäure nach der Molybdänmethode.

Kalk gravimetrisch als CaO.

Chlor durch Titration mit $\frac{n}{100}$ Silbernitratlösung oder gewichtsanalytisch.

13. Nachweis von Nitraten.

Hierfür wird das nach Ziffer 5 oder 6 hergestellte Chlorcalciumserum benützt.

- 0,5 g Diphenylamin werden in einer Mischung von 100 cm³ konzentrierter Schwefelsäure mit 20 cm³ Wasser gelöst.
- 2 cm³ der Diphenylaminlösung werden in eine kleine Porzellanschale gebracht. Hierauf lässt man vom Serum 0,5 cm³ tropfenweise in die Mitte der Lösung fallen und das Ganze, ohne zu mischen, stehen. Nach einigen Minuten tritt bei Anwesenheit

¹ König, Chemie d. Nahr.- u. Genussm. 1893, 2, S. 273.

von Salpetersäure ein blauer Fleck auf und beim Umschwenken wird dann die ganze Flüssigkeit blau. Sind keine Nitrate vorhanden, so erscheint in der Mitte ein bräunlicher Fleck.

Zum serienweisen Mischen von Milchserum mit Diphenylamin-Schwefelsäurelösung sind Porzellanplatten mit numerierten runden Vertiefungen zu empfehlen.

14. Nachweis von Konservierungsmitteln.

- a) Borsäure und Borax. Die Milch wird mit Sodalösung alkalisch gemacht, verascht, die Asche mit einem kleinen Ueberschuss verdünnter Salzsäure versetzt und mit Curcumapapier geprüft. Ueber die Bereitung des Curcumapapiers siehe Seite 43, 3 a des Lebensmittelbuches von 1909.
- b) Salicylsäure und Benzoësäure. 100 cm³ Milch werden in eines ½ Liter fassenden Becherglase mit 40 cm³ Fehling'scher Kupfersulfatlösung, 10 cm³ N-Lauge und 150—200 cm³ Wasser versetzt und mit einem Glasstabe kräftig umgerührt. Den Niederschlag lässt man kurze Zeit absitzen und filtriert dann durch ein Faltenfilter. Das völlig klare Filtrat wird in einem Scheidetrichter unter Zusatz von 5 cm³ konzentrierter Salzsäure wiederholt mit Aether ausgeschüttelt. Die sorgfältig abgetrennten Aetherauszüge werden filtriert und dann in einer Glasschale bei gelinder Wärme vorsichtig verdunstet. Zeigt der erkaltete Rückstand deutliche Kristallbildung, so löst man in möglichst wenig Aether, bringt die Lösung auf ein Uhrglas, überlässt sie der freiwilligen Verdunstung und unterwirft die hinterbleibende Substanz in geeigneter Weise dem Verfahren der Sublimation.

Das Sublimat kann zunächst optisch auf seine Kristallform geprüft werden und wird sodann in sehr wenig Wasser gelöst, wenn nötig unter schwachem Erwärmen, und mit einem Tropfen einer stark verdünnten Eisenchloridlösung (1 Raumteil einer Eisenchloridlösung vom spezifischen Gewicht 1,28 + 9 Raumteile Wasser) auf Salicylsäure geprüft. Tritt keine Violettfärbung ein, so kann das gleiche Material zur Prüfung auf Benzoësäure weiter Verwendung finden, indem man nach A. Jonescu² noch einen

¹ Philippe: Mitteil. a. d. Geb. d. Lebensmittelunters. u. Hyg., 1911, S. 377.

² Journ, Pharm, Chim. 1909, 29, 523,

Tropfen einer im Verhältnis 1:9 verdünnten 3% igen Wasserstoffsuperoxydlösung hinzufügt, wodurch etwa vorhandene Benzoësäure teilweise zu Salicylsäure oxydiert wird, was sich nach Verlauf von etwa einer Stunde durch deutliche Violettfärbung der Mischung zu erkennen gibt.

Zeigt der Rückstand der Aetherauszüge keine deutliche Kristallbildung, so kann wohl noch die Anwesenheit von Salicylsäure durch die ohne vorherige Sublimation vorzunehmende Eisenchloridreaktion mit Sicherheit nachgewiesen werden, nicht aber diejenige von Benzoësäure. Hat man auf letztere zu prüfen, so leistet in solchen Fällen die von $v.~d.~Heide~{\rm und}~Jakob^{\,1}~{\rm verbesserte}~{\rm Reaktion}~{\rm von}~Mohler~{\rm zuverlässige}~{\rm Dienste}.$

- c) Formaldehyd (Formalin). Von etwa 100 cm³ Milch werden nach Zusatz von etwas Schwefelsäure 20—25 cm³ abdestilliert. Zu dem Destillate setzt man einen Tropfen sehr verdünnte wässerige Phenollösung und giesst auf konzentrierte Schwefelsäure, wobei die Flüssigkeiten sich möglichst wenig mischen sollen. Ist Formaldehyd vorhanden, so bildet sich auf der Berührungsfläche ein karmoisinroter Ring.
- d) Wasserstoffsuperoxyd. Zu 10 cm³ Milch werden 3 Tropfen Vanadinsäurelösung (1 g gefällte Säure in 100 g verdünnter Schwefelsäure gelöst) und 5 cm³ verdünnte Schwefelsäure zugesetzt. Bei Anwesenheit von Wasserstoffsuperoxyd entsteht eine blaue Färbung. Ein negatives Ergebnis darf nicht als Beweis dafür betrachtet werden, dass die Milch nicht mit Wasserstoffsuperoxyd behandelt worden war.
- e) Soda, Natriumbicarbonat. Prüfung auf die Reaktion der Milch. Falls alkalische Reaktion vorhanden, ist eine Aschenbestimmung, eventuell eine quantitative Aschenanalyse auszuführen.

15. Nachweis von gekochter Milch.

Zum Nachweis von gekochter Milch ist das Verfahren von Rothenfusser² anzuwenden:

100 cm³ Milch werden mit 6 cm³ Bleiessig versetzt, umgeschüttelt und filtriert. Zu etwa 10 cm³ des Filtrates (Bleiserums) gibt man 1—2 Tropfen von zirka 0,3% igem Wasserstoffsuper-

¹ Ztschr. f. U. N. G., 1910, 19, 141.

² Ztschr. f. U. N. G., 1908, 16, S. 71 ff.

oxyd und dann etwas von dem Rothenfusser'schen Reagens. Das Serum von ungekochter Milch wird intensiv violett, während dasjenige gekochter Milch farblos bleibt.

Das Reagens wird hergestellt, indem man 1 g Paraphenylendiamin in 15 cm³ Wasser löst und mit einer Auflösung von 2,6 g Guajacol in 135 cm³ 96% igem Alkohol vermischt.

B.

I. Sinnenprüfung.

Siehe Seite 429, Ziffer 1.

2. Bestimmung des Säuregrades.

Zur Bestimmung des Säuregrades ist das von Soxhlet und Henkel aufgestellte Verfahren mit 50 cm^3 Milch anzuwenden. Dasselbe besteht in Titration mit $\frac{n}{4}$ Natronlauge und 2 cm^3 2% iger Phenolphtale inlösung, bis blasse Rotfärbung eintritt. 1 cm^3 $\frac{n}{4}$ Lauge auf 100 cm^3 Milch $\implies 1$ Säuregrad.

3. Alkoholprobe.

Diese leistet bei Massenuntersuchungen auf Haltbarkeit gute Dienste. Man gibt zu 10 cm³ Milch im Reagensglas 10 cm³ eines 68—70 Vol.-prozentigen Alkohols, schüttelt kräftig und achtet auf das Auftreten allfälliger Gerinnungserscheinungen. Frische normale Milch wird nicht verändert. Eine bei der Alkoholprobe gerinnende Milch ist im Säuregrad so weit fortgeschritten, dass sie nach kurzer Zeit auch das blosse Aufkochen nicht mehr aushalten würde.

4. Gärprobe.

Die Milch wird in die sterilen Gärprobegläser eingefüllt, mit sterilen Deckeln bedeckt, in dem zum Apparate gehörenden Wasserbade (oder im Brutschrank nach entsprechendem Vorwärmen) während 24 Stunden bei 38° bis 40° gehalten und nach 9, 12, 18 und eventuell 24 Stunden bezüglich des Gerinnens, der Gasentwicklung, der Konsistenz des Rahmes und sonstiger auffälliger Veränderungen beobachtet.

Bei der Darstellung der Ergebnisse halte man sich so viel als möglich an die von Wyssmann und $Peter^1$ aufgestellte Gärprobentabelle.

¹ Wyssmann und Peter, Milchkenntnis und Milchuntersuchung, III. Auflage 1910, Seite 100.

5. Caseinprobe.

100 cm³ Milch werden auf dem zum Apparate gehörenden Wasserbade auf 35° erwärmt und hierauf mit 2 cm³ einer Lablösung, welche eine Hansensche Tablette kleinster Nummer in ½ L Wasser enthält, versetzt. Hierauf wird beobachtet, welche Zeit bis zum Gerinnen der Milch verstreicht und ob die Gerinnung eine genügend vollständige sei. ¹

6. Gärgasprobe.

100 cm³ Milch werden in einem geeigneten, sterilisierten Gasmessapparat eingefüllt. Nach 9-, 12- oder 24stündigem Stehen bei 35—38° wird die eventuell entwickelte Gasmenge abgelesen.²

7. Schmutzprobe.

In einem Glasgefäss mit flachem Boden wird ½ L Milch während einer Stunde ruhig stehen gelassen. Hierauf wird beobachtet, ob sich deutlich sichtbare Mengen von Schmutz abgesetzt haben.

Für zuverlässigere Schmutzproben bedient man sich der Wattefilter-Schmutzprüfer (nach Gerber, Bernstein u. a.). Die Wattefilter bieten den Vorteil, dass sie aufbewahrt und als Beweismaterial benutzt werden können.

7. Leukocytenprobe und mikroskopische Untersuchung.

Dazu ist die Milch auf 60° zu erwärmen.

10 cm³ der mittelst Wattefilters von den gröbern Verunreinigungen befreiten Milch werden in den von Trommsdorff angegebenen Gläschen 5 Minuten lang bei einer Tourenzahl von 1200 zentrifugiert und das Volumen des Sedimentes an der mit Teilung versehenen Kapillare abgelesen. Der Raum zwischen zwei kleinsten Teilstrichen beträgt ½1000 cm³, 10 Teilstriche bedeuten somit 10/00 des verwendeten Milchvolumens. Das Sediment dient zur Herstellung mikroskopischer Präparate. Zu diesem Zweck wird der Inhalt des Gläschens ausgegossen und mit destilliertem Wasser nachgespült. Mit Hülfe einer reinen Glasnadel

¹ Landw. Jahrb. d. Schweiz 1887, S. 53.

² Landw. Jahrb. d. Schweiz 1893, S. 72.

oder eines Platindrahtes wird etwas von dem in der Kapillare verbliebenen Sediment herausgeholt und im hängenden Tropfen oder im mit Methylenblau gefärbten Ausstrichpräparat untersucht. Das Sediment kann in sehr wechselnden Mengen Eiweissgerinnsel, Schmutzteilchen, Kolostrumkörperchen, Leukocyten, Erythrocyten und Bakterien enthalten. Es ist besonders darauf zu achten, ob die Leukocyten und eventuell die Bakterien, speziell Streptokokken, stark in den Vordergrund treten.

9. Katalaseprobe.

5 cm³ einer 1% igen Wasserstoffsuperoxydlösung werden mit 10 cm³ Milch gemischt und das bei der eintretenden Spaltung des Superoxydes sich entwickelnde Sauerstoffgas gemessen. Zur Ausführung der Prüfung können die verschiedenen im Handel befindlichen Katalaseapparate benützt werden, insofern sie so gebaut sind, dass sämtliches entwickelte Gas aufgefangen und gemessen werden kann. Die Aufstellung der Apparate erfolgt bei 22—25°. Die Ablesung geschieht nach 2 Stunden und das Ergebnis wird durch die Anzahl cm³ Sauerstoff, welche 100 cm³ Milch entsprechen, ausgedrückt.

10. Reduktaseprobe.

Von einer konzentrierten alkoholischen Methylenblaulösung (salzsaures Salz der Methylenblaubase) werden 5 cm³ zu 195 cm³ Wasser gegeben und von dieser verdünnten Lösung 1 cm³ mit 20 cm³ Milch gemischt. Die Gläschen mit der blaugefärbten Milch werden nach Vorwärmen im Wasserbad in den Brutschrank von 38—40° gestellt und nun wird der Zeitpunkt der eingetretenen Entfärbung festgestellt. Das zum Fernhalten des Luftsauerstoffes allgemein empfohlene Ueberschichten der blau gefärbten Milch mit Paraffinum liquidum, das seinen Zweck übrigens nur mangelhaft erfüllt, kann umgangen werden, wenn man bei Beobachtung der auftretenden Erscheinungen das oberste Viertel der Milchsäule ausser Berücksichtigung lässt.

II. Die Untersuchung auf einzelne Bakterienarten

ist dem Bakteriologen zu überlassen.

V. Beurteilung.

Die Sinnenprüfung darf nichts Abnormes ergeben. Rötliche, blaue, übelriechende, bitter oder salzig schmeckende, griesige, seifige oder fadenziehende Milch ist zu beanstanden.

An eine frische Mischmilch mehrerer (mindestens drei) Kühe sind im allgemeinen folgende Anforderungen zu stellen:

Spezifisches Gewicht der Milch bei 15°: 1,030-1,033.

Spezifisches Gewicht des Chlorcalciumserums bei 15°: Minimum 1,0249.

Refraktometerzahl des Chlorcalciumserums bei 17,5°: Minimum 38,0°.

Fett: Minimum 3%.

Trockensubstanz: Minimum 12%.

Fettfreie Trockensubstanz: Minimum 8,5%.

Acidität: Maximum 9 Säuregrade.

Dabei ist nicht zu übersehen, dass eine Milch doch verfälscht sein kann, wenn sämtliche Werte innerhalb der obigen Grenzen liegen.

In der Schweiz beträgt der Durchschnittsgehalt der gemischten Milch mehrerer Kühe zirka 3,7% Fett und 9,0% fettfreie Trockensubstanz.

Der Gefrierpunkt liegt bei Mischmilch meistens zwischen —0,55° und —0,56°. Bei Einzelmilch gesunder Kühe schwankt der Gefrierpunkt zwischen —0,54° und —0,57°. Bei Lungentuberkulose und andern allgemeinen Erkrankungen sind Gefrierpunkte zwischen —0,48° und —0,55° beobachtet worden. Eine Gefrierpunktsdepression von mehr als 0,57° deutet bei nicht saurer Milch auf Eutererkrankungen.

Bei Beanstandungen, speziell bei Entrahmung und Wässerung, ist zu empfehlen, für die Beurteilung der Milch die fettfreie Trokkensubstanz, die Refraktionszahl des Chlorcalciumserums und den prozentischen Fettgehalt der Trockensubstanz in Berücksichtigung zu ziehen. Zur Berechnung der Grösse des Wasserzusatzes und der Entrahmung dienen folgende von Herz und Böhmländer aufgestellte Formeln:

1. Bei Wässerung (Wasserzusatz in Prozenten der reinen Milch):

$$W = \frac{100 (r_1 - r)}{r}.$$

2. Bei *Entrahmung* (Fettentzug in Prozenten des ursprünglichen Fettgehaltes):

$$E = \frac{100 \ (f_1 - f)}{f_1} \, .$$

3. Bei Wässerung und Entrahmung:

$$W = \frac{r_1}{r} (w - w_1),$$

$$E = 100 \left(1 - \frac{fr_1}{f_1 r}\right).$$

Dabei bedeutet:

f = Fettgehalt der verdächtigen Probe;

 f_1 = Fettgehalt der Stallprobe;

r = Fettfreie Trockensubstanz der verdächtigen Probe;

 r_1 = Fettfreie Trockensubstanz der Stallprobe;

w = Wassergehalt der verdächtigen Probe in Prozenten;

 w_1 = Wassergehalt der Stallprobe.

Wegen der durch die verschiedenen natürlichen Faktoren verursachten Schwankungen im Gehalte der Milch ist bei der Beurteilung grosse Vorsicht geboten, und empfiehlt es sich, erst dann eine Milch als gewässert oder entrahmt zu beanstanden, wenn aus den Differenzen gegenüber einwandfrei erhobenen Stallproben mit Sicherheit auf Verfälschung geschlossen werden kann.

Der Fettgehalt einer Mischmilch zeigt bei richtiger Probenentnahme innerhalb 24 Stunden selten Schwankungen von mehr als 0,5% und der Gehalt an fettfreier Trockensubstanz selten solche von mehr als 0,3%.

Milch, die in der Gärprobe nach 12 Stunden noch flüssig ist, und deren Rahm nach dieser Zeit nicht abnorme Eigenschaften zeigt, ist in der Regel hinsichtlich der Käsereitauglichkeit nicht zu beanstanden. Dagegen ist eine nach 24 Stunden nicht geronnene Milch gewöhnlich zur Käsefabrikation untauglich, und eine Milch, in der innerhalb 12 Stunden starke Gasentwicklung entsteht, muss als besonders abnormal bezeichnet werden.

Bei der Beurteilung nach den Ergebnissen der biochemischen Methoden ist das Alter der Milchproben zu berücksichtigen.

Mit Labferment soll die Milch in der Caseïnprobe in weniger als 20 Minuten normal gerinnen.

Wenn bei der Leukocytenprobe das Sediment über ½0/00 beträgt, dabei eine ausgesprochene schmutziggelbliche Farbe hat und im mikroskopischen Bild massenhaft Leukocyten aufweist, dann ist der Verdacht gerechtfertigt, dass der fraglichen Milch das Sekret eines krankhaft veränderten Euters beigemischt ist. Nachforschung im betreffenden Stall wird in solchen Fällen meistens zum Auffinden eines Tieres führen, das in der Leukocytenprobe 20/00 und mehr Sediment liefert, wobei häufig, wie sich weiter feststellen lässt, das pathologische Produkt nur aus einer Zitze stammt. Gelingt es zudem, in den mikroskopischen Präparaten typische Streptokokken nachzuweisen, so darf mit Sicherheit auf chronische Streptokokkenmastitis geschlossen werden. Solche Kühe sollen von der Milchlieferung für Konsum- wie für Käsereizwecke ausgeschlossen werden.

Die Resultate der Katalaseprobe gehen im allgemeinen mit denjenigen der Leukocytenprobe in dem Sinne parallel, als hohe Leukocytenzahlen hohen Katalasezahlen entsprechen. Auch die Katalaseprobe bildet daher ein empfindliches Reagens auf den Gesundheitszustand der Milchtiere. Katalasezahlen über 40 erregen Verdacht auf den Gehalt einer Milchprobe an krankhaftem Sekret, aber auch auf eine zu alte oder schlecht behandelte Milch und die systematische Anwendung der Prüfung auf die einzelnen Kühe des betreffenden Stalles und eventuell auf einzelne Zitzen bestimmter Kühe wird in den allermeisten Fällen die Ursache des hohen Katalasegehaltes der Mischmilch auffinden lassen. Eine besondere Beurteilung verlangt die Milch neumelkender und altmelkender Kühe. In beiden Fällen ist der Gehalt an zelligen Elementen oft ein verhältnismässig hoher und somit werden Leukocyten- und Katalaseproben Werte ergeben, die auf pathologische Verhältnisse deuten, während sie eine physiologische Grundlage haben und entsprechend berücksichtigt werden müssen. Damit ist auch gesagt, dass die beiden Proben unter Umständen die Beimischung von Kolostralmilch aufdecken können.

Wenn die Katalaseprobe ihrer hohen Empfindlichkeit wegen in erster Linie dazu berufen erscheint, eine abnorme Funktion der Milchdrüse nachzuweisen, so ist doch zu beachten, dass ihre Ergebnisse auch zu irrtümlichen Schlüssen führen können. So sind schon Spuren von Blut genügend, um die Katalasezahl bedeutend zu erhöhen, ohne dass dabei notwendigerweise eine Euter-

krankheit vorhanden sein muss. Ferner bilden gewisse Milchbakterien Katalase und wenn zufällig solche Bakterien sich bei der Aufbewahrung der Milch vermehren, so wird die Menge des aus dem Wasserstoffsuperoxyd abspaltbaren Sauerstoffes zu verschiedenen Untersuchungszeiten verschieden ausfallen und die für die betreffende Milch im frischen Zustand charakteristische Katalasezahl verdecken. Mit einer solchen Abhängigkeit vom Alter der Milch hat man bei der Leukocytenprobe nicht zu rechnen. Die aus dem Euter stammenden zelligen Elemente sind ausserhalb des letztern keiner Vermehrung fähig; die Zahl der Bakterien kann allerdings zunehmen, was aber auf das Volumen des Sediments keinen merkbaren Einfluss hat.

Bei der Reduktaseprobe soll die Entfärbung nicht vor sieben Stunden eintreten, ansonst man es mit einer schon bakterienreichen und infolgedessen mangelhaft haltbaren Milch zu tun hat. Entfärbung innert weniger als 3 Stunden lässt auf eine ausserordentlich bakterienreiche Milch schliessen, die entweder schon ziemlich alt ist oder aber sehr unsauber gewonnen, beziehungsweise behandelt wurde. Auch pathologische, massenhaft Leukocyten enthaltende Milchproben zeigen gewöhnlich eine kurze Entfärbungszeit, auch wenn die Bakterien nur spärlich vorhanden sind. In solchen Fällen funktionieren die Leukocyten als reduzierendes Agens.

Die Leukocyten- wie die Katalase- und Reduktaseprobe eignet sich im allgemeinen weniger zur Beurteilung einer einzelnen Marktmilch, als zur regelmässigen Ueberwachung der für bestimmte Betriebe, wie Käsereien, Kur- und Kindermilchanstalten eingelieferten Milch.

Colostrummilch ist vom Verkehr auszuschliessen.

Handelsmilch, welche bei der in angegebener Weise ausgeführten *Schmutzprobe* einen positiven Befund zeigt, ist zu beanstanden.

Zusätze von Konservierungsmitteln, wie Soda, doppelkohlensaures Natron, Salizylsäure, Benzoësäure, Borsäure, Formalin, Wasserstoffsuperoxyd etc. sind zu beanstanden.

Milch von anderen Säugetieren als von Kühen und Mischungen von solcher Milch mit Kuhmilch müssen entsprechend (z. B. als Ziegenmilch, beziehungsweise als Kuhmilch mit Ziegenmilch) bezeichnet sein.