**Zeitschrift:** Mitteilungen aus dem Gebiete der Lebensmitteluntersuchung und

Hygiene = Travaux de chimie alimentaire et d'hygiène

Herausgeber: Bundesamt für Gesundheit

**Band:** 38 (1947)

**Heft:** 4-5

Artikel: Untersuchungen über die Genauigkeit verschiedener

Milchfettbestimmungsmethoden

Autor: Hostettler, H. / Hänni, H.

**DOI:** https://doi.org/10.5169/seals-983037

#### 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:** 11.12.2025

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

# 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 Fettprozente 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 Künzle³) 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 Lebensmittelbuch 4) 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.<sup>5</sup>) 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 cm<sup>3</sup> 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 Druckhebervorrichtung bedient und Sorge trägt, dass nichts von der unteren, wässerig-ammoniakalischen Schicht mitgerissen wird; zirka 0,5 bis 1,0 cm3 ätherische Fettlösung sollen im Rohr zurückbleiben. Die in die Äther-Petrolätherlösung eintauchende Hebervorrichtung wird nach dem Abhebern vorsichtig innen und aussen mit Äther in das Erlenmeyerkölbehen nachgespült, worauf man das Kölbehen 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 abgehebert, 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 103-1050 C bis zur Gewichtskonstanz. Man

<sup>\*)</sup> 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<sup>2</sup>) 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<sup>6</sup>) unter Anlehnung an die neuzeitlicheren Werke von A. Linder<sup>7</sup>) und R. A. Fisher<sup>8</sup>).

Tabelle 1

Fett- gehalts- stufe		Ermittelter Fettgehalt 0/0			Mittlerer Fehler			
	Methode	höchster Wert	niedrigster Wert	Mittel	m <sub>x</sub>	m <sub>6</sub>	m <sub>2</sub>	σ
	I. Gerber	1,00	0,97	0,98	±0,003	±0,004	±0,007	±0,009
Var.	II. Röse-Gottlieb				x=10			
	1. Liebefeld	1,00	0,99	1,00		0,003	0,005	0,007
1 0/0	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
	I. Gerber	2,20	2,12	2,19	0,008	0,01	0,02	0,03
	II. Röse-Gottlieb				x=10			- 3
2 0/0	1. Liebefeld	2,15	2,07	2,13		0,01	0,02	0,03
	2. Modifikation a	_	-	_		_	_	1
	3. Modifikation b	2,21	2,17	2,20		0,01	0,01	0,02
	I. Gerber	3,02	2,92	2,97	0,009 x=10	0,01	0,02	0,03
11.5	II. Röse-Gottlieb		No. 1		1	-		
	1. Liebefeld	2,86	2,85	2,85		0,002	0,004	0,000
3 %	2. Modifikation a 3. Modifikation b	2,94	2,82	2,90		0,007 0,02	0,01	0,02
3,5 %	I. Gerber	3,70	3,60	3,66	0,01	0,02	0,03	0,04
		3,10	3,00	3,00	x=16	0,02	0,03	0,04
	II. Röse-Gottlieb	2.55	2.50	2.52		0.007	0.01	0.00
	<ol> <li>Liebefeld</li> <li>Modifikation a</li> </ol>	3,55	3,50	3,52 3,52		0,007	0,01	0,02
	3. Modifikation b	3,56 3,77	3,51 3,67	3,70		0,004	0,02	0,05
	I. Gerber	4,19	4,06	4,11	0,02	0,02	0,03	0.05
		4,19	4,00	4,11	x=10	0,02	0,03	0,05
	II. Röse-Gottlieb							
4 0/0	1. Liebefeld	3,99	3,95	3,98		0,006	0,01	0,01
	2. Modifikation a 3. Modifikation b	3,97 4,06	3,96 3,94	3.96 3,99		0,003	0,004	0,000
		A STATE OF			1			
N-2 - 1	I. Gerber	4,70	4,65	4,68	0,006 x=10	0,008	0,01	0,02
	II. Röse-Gottlieb				The state of		1. 1/4	1 m
4,5 %	1. Liebefeld	4,50	4,48	4,49	1000	0,003	0,005	0,00
Market Control	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 0/0	I. Gerber	6,20	5,98	6,13	0,02 x=10	0,03	0,05	0,07
	II. Röse-Gottlieb				1.0	1	11-1	
	1. Liebefeld	5,93	5,90	5,92	1. 19	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

# 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 ), wonach die Abweichungen der Mehrzahl der Fettgehaltsbestimmungen nach der Gerbermethode 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 % betrugen 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 ÄtherPetroläther-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 <sub>2</sub>	σ
Gerber	± 0,024	± 0,037
Röse-Gottlieb		
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 cm<sup>3</sup> 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 <i>Gerber</i> , wenn die Ablesung auf dem Butyrometer bedeutet:				
	g Fett in 100 g Milch	g Fett in 100 cm³ Milch	g Fett in 100 g Milch	g Fett in 100 g Milch	g Fett in 100 cm³ 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
	tel der Prober		=	+ 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 Streuungsbreite 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 determinating 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.
- <sup>5</sup>) 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).