Zeitschrift: Mitteilungen aus dem Gebiete der Lebensmitteluntersuchung und

Hygiene = Travaux de chimie alimentaire et d'hygiène

Herausgeber: Bundesamt für Gesundheit

Band: 43 (1952)

Heft: 3

Artikel: Zur Bestimmung des Gesamtfettes, Milchfettes und Eigehaltes in

Backwaren und diätetischen Nährmitteln

Autor: Hadorn, H. / Jungkunz, R.

DOI: https://doi.org/10.5169/seals-982644

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

mengen ausgehen, beispielsweise von 250 oder 500 cm³. Da dabei die 2. Fraktion entsprechend grösser wird, destilliert man sie nun nochmals und erhält wieder eine erste, alkoholreiche, und eine zweite, sehr alkoholarme Fraktion. Theoretisch kann man von beliebig grossen Mengen ausgehen und so die Reaktion entsprechend verschärfen.

Zusammenfassung

Es wird gezeigt, dass die Thujonreaktion durch Verwendung von mehr Ausgangsmaterial und Wiederholung der fraktionierten Destillation verschärft werden kann.

Literatur

1) Duparc und Monnier, Ann. chim. anal. 13, 378 (1908).

Zur Bestimmung des Gesamtfettes, Milchfettes und Eigehaltes in Backwaren und diätetischen Nährmitteln

Von H. Hadorn und R. Jungkunz (Laboratorium V.S.K., Basel)

Einleitung

Es ist seit langem bekannt, dass man durch direkte Extraktion mit Fettlösungsmitteln aus getrockneten und feingemahlenen Backwaren und Nährmittelpräparaten nicht die gesamte Fettmenge erhält. Ein Teil des Fettes wird entweder durch Proteine oder Stärke adsorptiv zurückgehalten oder vom Zucker eingehüllt und kann erst durch einen Säureaufschluss freigelegt werden. Gut bewährt haben sich die Aufschlussverfahren nach Berntrop 1), von Fellenberg 2) und Grossfeld³), bei welchen das Untersuchungsmaterial mit verdünnter 3 bis 7 %0/oiger Salzsäure eine gewisse Zeit lang gekocht wird. Für Kakaoerzeugnisse schreibt die internationale Methode 4) einen Aufschluss mit einer stärkeren (4n-) Salzsäure vor, wodurch die Kakaopartikel aufgeschlossen und Stärke und Proteine weitgehend abgebaut werden und eine leicht filtrierbare Flüssigkeit resultiert. Die Werte für das so erhaltene Gesamtfett sind gut reproduzierbar, und dieses sogenannte internationale Aufschlussverfahren könnte daher auch für Backwaren übernommen werden. Oft ist es erwünscht, im isolierten Gesamtfett noch gewisse Kennzahlen zu bestimmen, um daraus z.B. den Gehalt an Butterfett oder an Eieröl zu berechnen. Aus diesem Grunde musste abgeklärt werden, ob das Fett beim Aufschluss mit Salzsäure nicht verändert wird. Es wäre denkbar,

dass ein Teil des Milchfettes durch die Säurebehandlung gespalten würde und folglich Verluste an Buttersäure auftreten müssten. Nach Grossfeld ⁵) soll bereits durch Kochen mit verdünnter 30/0iger Salzsäure und beim anschliessenden Auswaschen mit Wasser ein Verlust an Sterinen eintreten. Grossfeld warnt deswegen davor, einen Aufschluss mit Salzsäure vorzunehmen, wenn nachträglich im Fett Sterine bestimmt werden sollen. Aus diesem Grunde wurde früher vielfach vorgeschlagen, das durch einfache Ätherextraktion gewonnene Fett für die Bestimmung der Kennzahlen heranzuziehen. Müller ⁶) hat jedoch gezeigt, dass aus dem direkt extrahierten Fett von Milchbrötchen oft viel zu niedrigere Milchfettgehalte gefunden werden. Zu ähnlichen Ergebnissen sind wir auch bei Untersuchungen von Milchschokoladen ⁷) gelangt.

Grossfeld ³), Müller ⁶) sowie Hoffmann ⁸) bestimmen den Gesamtfettgehalt von Backwaren nach einem Säureaufschlussverfahren und ermitteln in dem so gewonnenen Fett die betreffenden Kennzahlen (Halbmikrobuttersäurezahl, Gesamtzahl, Restzahl). Die berechneten Milchfettgehalte sollen auf diese Weise gut

mit den tatsächlichen Werten übereinstimmen.

Durch Gebäckzutaten wie Mehl, Zucker, Eier, Salz, Hefe und durch den Backprozess selbst erfährt das Michfett keine Veränderungen, was durch von Weber 9) und besonders instruktiv in einer eingehenden Arbeit von Grossfeld und Damm 10) gezeigt worden ist.

In der vorliegenden Arbeit sollen zur weitern Abklärung einiger diesbezüglicher Fragen verschiedene Fettbestimmungsmethoden an diversen, selbst hergestellten Gebäcken, sowie an einigen Nährmittelpräparaten überprüft werden. Neben der Isolierung und Bestimmung des Gesamtfettes soll dabei das Hauptgewicht auf die Bestimmung des Milchfettes (Halbmikrobuttersäurezahl), sowie der Sterine gelegt werden.

A. Versuche an Backwaren

Für die Bestimmung des Milchfett- und Eigehaltes kommen praktisch nur Halbmikromethoden in Frage, da die Isolierung grösserer Fettmengen, wie sie für die Makromethoden erforderlich sind, recht umständlich und zeitraubend ist. Oft würde auch das zur Verfügung stehende Untersuchungsmaterial gar nicht ausreichen.

In diesem Abschnitt sollen anhand von selbst hergestellten Gebäcken die erschöpfende Extraktion mit Äther, die Aufschlussmethoden nach Grossfeld, sowie die internationale Methode für die Kakao-Industrie miteinander verglichen werden. Der Milchfettgehalt soll aus der Halbmikrobuttersäurezahl, der Eigehalt aus dem Cholesterin berechnet werden.

Zu diesem Zwecke haben wir 3 Gebäcke mit verschiedener Zusammensetzung hergestellt. Alle Zutaten wurden ebenfalls untersucht, so dass die zu erwartenden Gehalte an Gesamtfett, Milchfett und Eipulver im fertigen Gebäck genau berechnet werden konnten. Um die Verhältnisse etwas übersichtlicher zu gestalten, sind alle Werte auf Trockensubstanz umgerechnet worden.

1. Milchbrot

Das Milchbrot wurde aus den in Tabelle 1 angegebenen Zutaten und einer ausreichenden Menge Wasser hergestellt. Neben Milchfett hat man eine beträchtliche Menge Fremdfett (Schweinefett) zugesetzt. Das Brot ist bei mässiger Hitze in einer Cakesform gebacken worden.

Tabelle 1 Milchbrot

| A. Bestandteile | Angewandte Mengen der Zutaten | Entspricht Trocken- substanz | Entspricht Fett im fertigen Gebäck | Fett in der Trocken- substanz des Gebäcks |
|--|--|--|--|--|
| Weissmehl (Trockensubstanz = 85,6 %) (Fettgehalt = 1,1 %) | g 250 | g 214 | g 2,75 | 0/0 |
| Vollmilchpulver (Trockensubstanz = 95,0 %) (Milchfett = 24,9 %) | 30 | 28,5 | 7,47 | 2,64 |
| Schweinefett | 30 | 30 | 30,0 | 10,60 |
| Backpulver | 11 | 11 | | |
| | 321 | 283,5 | 40,22 | 14,21 |
| B. Untersuchungsergebnisse | Äther- Extrakt | Aufschluss nach Grossfeld | Aufschluss nach inter- nationaler Methode | Theo- retische Werte |
| Gesamtfett in der Trockensubstanz | 13,11 % | 14,00 ⁰ / ₀ 14,18 ⁰ / ₀ | 14,12 ⁰ / ₀ 14,16 ⁰ / ₀ | 14,21.0/0 |
| Halbmikrobuttersäurezahl des isolierten Fettes | 3,61 | 3,57 3,57 | 3,78 3,64 3,85 3,64 | - |
| Milchfett im Gesamtfett | 18,05 % | 17,85 0/0 | 19,1 ⁰ / ₀ 18,2 ⁰ / ₀ | 18,6 ,0/0 |
| Milchfett im Gebäck | 2,37 % | $2,50^{\circ}/_{0}$ $2,53^{\circ}/_{0}$ | 2,70 ⁰ / ₀ 2,58 ⁰ / ₀ | 2,64 % |

Die vorgetrocknete, pulverisierte Probe, welche zur Analyse verwendet wurde, hatte einen Wassergehalt von 4,74 %. Die Untersuchung erfolgte nach den im Abschnitt Methodik angegebenen Vorschriften. Die gefundenen Resultate sind auf Trockensubstanz berechnet und in Tabelle 1 zusammengefasst.

Die direkte Extraktion mit Äther ergibt, wie zu erwarten war, eine um rund 1 % zu niedrige Fettausbeute. Als Folge davon wird auch der Milchfettgehalt im Gebäck um 0,27 % (oder um 10 % des zu erwartenden Wertes) zu niedrig erhalten.

Nach den beiden Aufschlussmethoden werden dagegen nahezu die theoretischen Mengen an Gesamtfett und Milchfett gefunden, womit die Brauchbarkeit dieser Methoden bewiesen sein dürfte.

2. Petit-beurre

Als weiteren Gebäcktyp, welcher oft auf seinen Butterfettgehalt zu prüfen ist, haben wir ein sog. petit-beurre, unter Verwendung von Butter und Kokosfett, hergestellt. Das Rezept und die daraus berechnete Zusammensetzung gehen aus der nachstehenden Tabelle 2 hervor. Beim Backen der dünn ausgewalzten Biskuits ist etwas Fett auf das Blech ausgetreten und auf diese Weise verloren gegangen. Wir fanden daher bei der Analyse nicht ganz den berechneten Fettgehalt wieder.

Tabelle 2 Petit-beurre

| $A.\ Bestand teile$ | Angewandte Mengen der Zutaten | Entspricht Trocken- substanz | Entspricht Fett im fertigen Gebäck | Fett in der Trocken- substanz des Gebäcks |
|---|--|------------------------------------|--|--|
| Weissmehl (Trockensubstanz = 86,0 %) (Fettgehalt = 1,1 %) | g 210 | g 1,80,6 | g 2,31 | 0,83 |
| Tafelbutter (Trockensubstanz = 84,9 %) (Butterfett * = 84,2 %) | 15 | 12,7 | 12,63 | 4,54 |
| Kokosfett | 30 | 30,0 | 30,0 | 10,78 |
| Zucker | 45 | 45,0 | | |
| Salz, Backpulver | 10 | 10,0 | | <u> </u> |
| | 310 | 278,3 | 44,94 | 16,15 |
| B. Untersuchungsergebnisse | Äther- Extrakt | Aufschluss nach Grossfeld | Aufschluss nach inter- nationaler Methode | Theo- retische Werte |
| Gesamtfett in der Trockensubstanz { | 14,52 % | 15,90 % | 15,83 ⁰ / ₀ 15,78 ⁰ / ₀ | 16,15 % |
| Halbmikrobuttersäurezahl des isolierten Fettes | 5,68 | 5,90 | 6,35 5,95 5,95 | _ |
| Verseifungszahl des Fettes | | _ < | 242,4 | |
| Butterfett im Gesamtfett, ber. nach Formel Lebensmittelbuch S. 78 | 25,4 % | 26,5 % | 28,8 ⁰ / ₀ 26,8 ⁰ / ₀ 26,8 ⁰ / ₀ | 28,2 % |
| Butterfett im Gebäck | 3,69 % | 4,21 0/0 | $\begin{array}{c c} 4,55 & 0/0 \\ 4,24 & 0/0 \\ 4,24 & 0/0 \end{array}$ | 4,54 % |

^{*} Halbmikrobuttersäurezahl des ausgeschmolzenen Butterfettes: 19,4

Die vorgetrocknete und pulverisierte Probe, welche zur Untersuchung verwendet wurde, besass einen Wassergehalt von 3,75 %. Die gefundenen Resultate sind in der Tabelle 2 auf Trockensubstanz berechnet angegeben.

Durch direkte Extraktion mit Äther findet man auch in diesem Gebäck bis zu 1,6 % zu wenig Gesamtfett. Im Butterfettgehalt des Gebäcks wirkt sich dies besonders stark aus. Es werden rund 0,8 % (oder 10 % des zu erwartenden Wertes) zu wenig gefunden. Die beiden Säureaufschlussmethoden dagegen liefern gut übereinstimmende Werte sowohl für das Gesamtfett als auch für den Butterfettgehalt. Die gefundenen Zahlen liegen etwas unter den aus den Zutaten berechneten, was, wie erwähnt, zum Teil auf Fettverluste beim Backen zurückzuführen ist. Zur Berechnung des Butterfettgehaltes aus Buttersäurezahl und Verseifungszahl nach Kuhlmann und Grossfeld 11 oder nach der Formel des Lebensmittelbuches 12 wird für Butterfett eine mittlere Buttersäurezahl von 20 angenommen.

Das zu unserem Backversuch verwendete Butterfett wies die etwas niedrigere Buttersäurezahl von 19,5 auf, weswegen unsere Butterfettgehalte auch etwas zu niedrig ausgefallen sind.

3. Butter- und Eiercakes

Schliesslich wurde noch ein butter- und eierhaltiges Cakes, welches ausserdem auch Kokosfett enthielt, in einer Cakesform gebacken, so dass praktisch kein Fett verloren gehen konnte. Die Zutaten und die Zusammensetzung des fertigen Gebäcks sind in Tabelle 3 zusammengestellt.

Die luftgetrocknete, pulverisierte Probe, welche zur Untersuchung verwendet wurde, besass einen Wassergehalt von 5,33 %.

Die direkte Extraktion mit Äther liefert auch bei diesem Gebäck um 1 % zu niedrige Werte. Nach der internationalen Aufschlussmethode dagegen findet man richtige Fettgehalte. Der Fehler beträgt im Mittel nur minus 0,26 % oder 0,9 % des wirklichen Fettgehaltes, was als gut zu bezeichnen ist. Der Butterfettgehalt wurde nach der Formel des Lebensmittelbuches um fast 2 % zu niedrig gefunden.

Dabei muss allerdings berücksichtigt werden, dass in jener Formel eine mittlere Buttersäurezahl für Butterfett von 20 angenommen wird. Das von uns für dieses Gebäck verwendete Butterfett hatte eine auffallend niedrige Buttersäurezahl (im Mittel 18,0).

Berechnet man den Butterfettgehalt nach den Angaben von Kuhlmann und Grossfeld ¹¹) unter Benützung der ermittelten Buttersäurezahl von 18, so kommt man zu höheren, nahezu richtigen Werten.

Das aus dem Buttercakes isolierte Gesamtfett enthielt ca. 32 % Kokosfett. Nach Kuhlmann und Grossfeld müssen zur Korrektur für je 20 % Kokosfett 0,1 Einheiten von der gefundenen Buttersäurezahl abgezogen werden. In unserem Beispiel für 32 % Kokosfett somit 0,16. Die korrigierte Buttersäurezahl mal 100, dividiert durch die Buttersäurezahl des reinen Butterfettes ergibt die Prozente Butterfett in der Mischung. Somit:

Halbmikrobuttersäurezahl des isolierten Gesamtfettes (Mittel) 9.72 0.16 Korrektur*) für das vorhandene Kokosfett (32 %) 9,56 Halbmikrobuttersäurezahl korrigiert Halbmikrobuttersäurezahl des ausgeschmolzenen Butterfettes (Mittel) 18,0 $9,56 \cdot 100$

Butterfett im Gesamtfett =
$$\frac{9,56 \cdot 100}{18,0}$$
 = 53,2 % Butterfett im Gebäck = $\frac{53,2 \cdot 27,5}{100}$ = 14,6 %

*) Die gleiche Korrektur für Kokosfett ergibt sich übrigens aus der gefundenen Verseifungszahl und der Buttersäurezahl nach der Tabelle auf Seite 39 der Arbeit 11) von Kuhlmann und Grossfeld.

Die Übereinstimmung mit dem tatsächlichen Butterfettgehalt des Gebäcks ist, auf diese Weise berechnet, eine gute. Die angewandte Methode ist somit zuverlässig, und beim Aufschluss mit Salzsäure wird kein Butterfett zersetzt. Der Genauigkeit der Butterfettberechnung sind in der Praxis Grenzen gesetzt, welche durch die natürlichen Schwankungen der Buttersäurezahl des Butterfettes bedingt werden.

Beckel 13) hat in seiner Arbeit «Grosszahlforschung in der Lebensmittelchemie: Buttersäurezahl» die Berechtigung der von Grossfeld vorgeschlagenen Rechnungsgrundlage unter Benützung des Mittelwertes 20,0 für die Buttersäurezahl reiner Butterfette nachgewiesen. Bei der mathematischen Auswertung von 591 Analysen ergeben sich in abgerundeten Werten als Grenze von 90 % aller Befunde die Buttersäurezahlen von 18,0 und 23,0, als Mittelwert 20,4. Beckel führt diesbezüglich wörtlich an:

«Die von Grossfeld angegebene Rechnungsgrundlage 20,0 führt demnach in mehr als der Hälfte der Fälle zu einem günstigeren Ergebnis, und dieses bleibt bei weiteren 40 % keinesfalls mehr als 10 % hinter der Wirklichkeit zurück. Diese Genauigkeit ist eine für die Praxis ausreichende, sie kann bei Anwendung anderer Kennzahlen, z.B. der Reichert-Meissl-Zahl, nicht übertroffen werden, da die natürlichen Schwankungen nicht zu umgehen sind.»

Bestimmung des Cholesterins

Um abzuklären, ob beim Aufschluss mit Salzsäure Cholesterin tatsächlich zerstört wird, wie dies von Grossfeld 5) angegeben wird, haben wir in dem selbst hergestellten, eierhaltigen Cakes das Cholesterin in dem nach verschiedenen Methoden isolierten Fett bestimmt.

Die Bestimmung des Gesamtcholesterins erfolgte gravimetrisch in den Fettsäuren der betr. Fette nach der von uns 14) kürzlich publizierten Modifikation. Wir fanden dabei nachstehende Werte:

Gesamtcholesterin, berechnet auf wasserfreies Cakes:

- a) im Ätherextrakt $225 \text{ mg}^{0/0}$
- b) im Fett nach internationaler Aufschlussmethode $227 \text{ mg}^{0}/_{0}$

Tabelle 3 Butter- und Eiercakes

| A. | Bestand teile | Angewandte Mengen der Zutaten | Entspricht Trocken- substanz | Entspricht Fett im fertigen Gebäck | Fett in der Trocken- substanz des Gebäcks |
|-----------------------------|--|--|--|--|--|
| | (Trockensubstanz = 86,0 °0/0) | g | g | g | 0/0 |
| Weissmehl | (Fettgehalt * = 1,19 %) | 200 | 172,0 | 2,4 | 0,43 |
| Butter | (Trockensubstanz = $84.7^{-0/0}$) (Butterfett ** = $84.0^{-0/0}$) | 100 | 84,7 | 84,0 | 14,90 |
| Volleipulver | (Trockensubstanz = $94.3^{-0/0}$) (Fettgehalt * = $40.1^{-0/0}$) | 50 | 47,2 | 20,1 | 3,56 |
| Kokosfett | | 50 | 50,0. | 50,0 | 8,86 |
| Zucker | | 200 | 200,0 | | - |
| Backpulver, Sa | alz | 10 | 10,0 | _ | _ |
| | | 610 | 563,9 | 156,5 | 27,75 |
| В. І | Untersuchungsergebnisse | | Äther- Extrakt | Aufschluss n. internat, Methode | Theo- retische Werte |
| Gesamtfett in | der Trockensubstanz | | 26,86 ⁰ / ₀ 26,66 ⁰ / ₀ | $\begin{array}{ c c c c c c c c c c c c c c c c c c c$ | 27,75 % |
| Halbmikrobut | tersäurezahl des isolierten | Fettes | 9,98 9,97 | 9,66 9,78 | _ |
| Verseifungsza | hl des Fettes | | 225,4 225,5 | 225,0 226,6 | _ |
| Butterfett im buch (HBuZ | Gesamtfett ber. nach Lek $Z = 20$) | pensmittel- | 48,7 % | 47,2 0/0 | 53,7 % |
| | Gesamtfett ber. nach $Kuhls$ eld (HBuZ = 20) | mann | 48,7 % | 47,7 0/0 | |
| Butterfett im | Gesamtfett ber. nach Kuhla eld unter Benützung der g | | 54,5 % | 53.2 % | |
| | Gebäck ber. nach Lebensn | nittelbuch | 13,1 % | 13,0 % | 14,90 % |
| Butterfett im | Gebäck ber. nach Kuhlma eld (HBuZ = 20) | nn | 13,0 % | 13,1 % | |
| Butterfett im | Gebäck ber. nach Kuhlma eld unter Benützung der g | | 14,5 °/ ₀ | 14,6 °/ ₀ | 14,90 % |

^{*} Die Fettgehalte vom Weissmehl und vom Volleipulver wurden ebenfalls nach der internationalen Säureaufschlussmethode mit 4n-HCl bestimmt.

^{**} Buttersäurezahl des ausgeschmolzenen Butterfettes: 18,10 17,94

Die Werte in den beiden Fetten sind praktisch gleich; durch die Salzsäurebehandlung wird also kein Cholesterin zerstört.

Aus den Mengen der nachstehenden Zutaten (Tabelle 3) und deren Steringehalte lässt sich übrigens der zu erwartende Steringehalt unseres Cakes in folgender Weise berechnen.

| | | | in der Trockensubstanz des C yse gefunden (Mittel) | akes berechnet | | 235 mg^{0}/o 226 mg^{0}/o |
|------|---|--------------|---|---------------------------|--------|----------------------------------|
| | | | in 563,9 g Cakes (Trockensul | | = | 1323 mg |
| | | | des lufttrockenen Eipulvers | $= 1,96^{-0/0}$ | | 980 mg |
| 50 | g | Volleipulver | (Cholesteringehalt | | | |
| 50 | g | Kokosfett | (Phytosteringehalt | $= 100 \text{ mg}^{0/0}$ | 1 7= - | 50 mg |
| 84,0 | g | Butterfett | (Cholesteringehalt | $= 300 \text{ mg}^{0/0}$ | - | 252 mg |
| | | | des lufttrockenen Mehles | $= 20.5 \text{ mg}^{0/0}$ | = | 41 mg |
| 200 | g | Weissmehl | (Phytosteringehalt | | | |

Die gefundenen Cholesteringehalte stimmen recht gut mit dem berechneten Wert überein, wodurch bewiesen ist, dass das nach der internationalen Aufschlussmethode gewonnene Gesamtfett zur Cholesterinbestimmung verwendet werden kann.

B. Versuche an Nährmitteln

Zur Fettbestimmung in diätetischen Nährmitteln, Sport- und Frühstückspräparaten haben wir seinerzeit 15) eine Modifikation der Grossfeldschen Koagulationsmethode vorgeschlagen. Diese Methode liefert zwar gut reproduzierbare Resultate, besitzt aber einige Nachteile. Man erfasst mit ihr das «Fett» nie ganz quantitativ. Geringe Mengen (0,1-0,5 %) verbleiben im Extraktionsrückstand. Bei Präparaten, welche Stärke oder Getreideschleime enthalten, erhält man nach der Fällung mit Kupfersulfat nur schwer filtrierbare Flüssigkeiten. Das Filtrieren und Auswaschen beansprucht unverhältnismässig viel Zeit, und beim Trocknen backen die Niederschläge oft zusammen und lassen sich nur mühsam zerkleinern. Auch dauert die Extraktion in derartigen Fällen mindestens 8 Stunden. Alle diese Schwierigkeiten kommen in Wegfall, wenn statt der Koagulation mit Kupfersulfat ein Säureaufschluss durchgeführt wird. Wir haben in der erwähnten Arbeit auf einen Aufschluss mit Salzsäure verzichtet, weil nach Angaben von Grossfeld 5) dabei ein Teil der Sterine verloren gehen soll. Auch befürchteten wir eine teilweise Zersetzung des Milchfettes. An einer zuverlässigen Bestimmung von Cholesterin und Milchfett war uns jedoch sehr gelegen, so dass wir die Koagulationsmethode vorgezogen haben.

Nach unseren bisherigen Erfahrungen an Backwaren sind die oben erwähnten Befürchtungen wenig begründet. Weder Milchfett noch Cholesterin werden durch die Säurebehandlung verändert. Es sollte daher geprüft werden, ob die in verschiedener Hinsicht einfachere und bessere internationale Aufschlussmethode mit Salzsäure 4) auch bei Nährmitteln erfolgreich angewendet werden kann.

1. Vergleich der Gesamtfett- und Milchfettgehalte nach Koagulations- und Aufschlussmethode

Zur Überprüfung der beiden Methoden wurden zwei verschiedene Nährmittelpräparate und ein Kindermehl untersucht. Das Nährmittel A, welches speziell für Versuchszwecke hergestellt worden war, hatte folgende Zusammensetzung (auf Trockensubstanz berechnet): 15 % Vollmilchpulver, 15 % Magermilchpulver, 20 % Rohrzucker, 35 % Malzextrakt, 5 % Trockenvollei, 10 % Kakao.

Aus der Zusammensetzung der Rohmaterialien berechnet sich der Gesamtfettgehalt des Präparates zu 7,9 % und der Milchfettgehalt zu 3,75 %.

Nährmittel B war ein Handelspräparat, welches auf ähnlicher Basis, jedoch ohne Eierzusatz fabriziert worden war.

Muster C stellt ein Kindermehl des Handels dar, welches neben Milchpulver und Zucker auch aufgeschlossene Getreidemehle enthielt.

Aus den Zahlen der Tabelle 4 geht deutlich hervor, dass die Aufschlussmethode durchwegs etwas höhere Werte für das Gesamtfett liefert, als die Koagulationsmethode. Die Differenz beträgt bei den Nährmitteln durchschnittlich 0,2 %, beim Kindermehl, wo sich der störende Einfluss der Stärke und der Getreideschleime besonders stark bemerkbar macht, 0,4 %. Zur Bestimmung des Gesamtfettes ist die Aufschlussmethode auf jeden Fall besser geeignet als die Koagulationsmethode.

Die Halbmikrobuttersäurezahl des nach der Säureaufschlussmethode gewonnenen Fettes ist durchwegs etwas niedriger als die des Fettes, welches von der Koagulationsmethode stammt. Dies ist einleuchtend, da beim Aufschluss mit Salzsäure höhere Fettausbeuten erhalten werden. Durch zusätzliche Mengen Kakaofett oder Getreidefett, welche durch die Säurebehandlung freigelegt werden, wird die Milchfettkonzentration etwas vermindert. Das im Präparat vorhandene Milchfett wird nach beiden Methoden quantitativ erhalten. Die Abweichungen der gefundenen Werte für «Milchfett im Präparat» liegen innerhalb der Fehlergrenze der Methode. Die gefundenen Werte stimmen beim Präparat A gut mit den aus den Rohmaterialien berechneten überein. Der Milchfettgehalt wird somit nach beiden Methoden richtig gefunden, eine Zersetzung von Milchfett bei der Behandlung mit Salzsäure wurde nicht beobachtet.

^{*}2. Bestimmung des Cholesterins in den nach verschiedenen Methoden isolierten Fetten

Zur Prüfung, ob beim Aufschluss mit Salzsäure ein Teil der Sterine zerstört wird, haben wir im Nährpräparat A, welches 5 % Trockenvollei enthält, vergleichende Sterinbestimmungen in den nach den zwei genannten Methoden gewonnenen Fetten durchgeführt. Zur Cholesterinbestimmung benützten wir einerseits die kolorimetrische Methode von Riffart und Keller 16, andererseits die kürzlich von uns modifizierte, gravimetrische Digitoninmethode 14).

Tabelle 4
Bestimmung von Gesamtfett und Milchfett nach verschiedenen Methoden

| | Gesamtfett | | Halbmikrobuttersäure- zahl | | Milchfett im Präparat | |
|-----------------------------|-------------------------------|--------------------------------|-------------------------------|--------------------------------|-------------------------------|-------------------------------|
| | Koagula- tions- Methode | HC1- Aufschluss- Methode | Koagula- tions- Methode | HCl- Aufschluss- Methode | Koagula- tions- Methode | HCl- Aufschluss Methode |
| Nährmittel A | 0/0 | 0/0 | | | 0/0 | 0/0 |
| 1. Bestimmung | 7,73 | 7,94 | 9,52 | 9,09 | | |
| 2. Bestimmung 3. Bestimmung | 7,76 | 7,94 7,92 | 9,64 | 9,27 | | |
| Mittel | 7,75 | 7,93 | 9,58 | 9,18 | 3,71 | 3,64 |
| Nährmittel B | | | | | | |
| 1. Bestimmung | 10,64 | 10,79 | 11,36 | 11,08 | | |
| 2. Bestimmung | 10,53 | 10,71 | 11,18 | 11,20 | | |
| 3. Bestimmung | 10,52 | | | 11,20 | | |
| Mittel | 10,56 | 10,75 | 11,22 | 11,16 | 5,93 | 6,00 |
| Kindermehl C | | | | | | |
| 1. Bestimmung | 5,52 | 5,78 | 10,76 | 9,84 | | |
| 2. Bestimmung | 5,35 | 5,93 | 10,50 | 9,80 | | |
| 3. Bestimmung | 5,48 | 5,84 | | | | |
| Mittel | 5,45 | 5,85 | 10,63 | 9,82 | 2,90 | 2,87 |

Tabelle 5 Vergleichende Cholesterinbestimmungen im Nährmittelpräparat A

| | Im Fett gewonnen nach: | | |
|--|--|--|--|
| | Koagulations- Methode | HC1-Aufschluss- Methode | |
| | | | |
| Gravimetrische Digitonidmethode | 120 mg ⁰ / ₀ | 118 mg ⁰ / ₀ | |
| Kolorimetrisch nach Riffart und Keller | 117 mg ⁰ / ₀ 125 mg ⁰ / ₀ 122 mg ⁰ / ₀ | 144 mg ⁰ / ₀ 151 mg ⁰ / ₀ | |

Die zuverlässigere gravimetrische Methode liefert in beiden Fetten praktisch die gleichen Cholesteringehalte, wie aus den Resultaten der Tabelle 5 ersichtlich ist. Nach der kolorimetrischen Methode findet man in den nach dem Säureaufschlussverfahren isolierten Fett sogar etwas höhere Steringehalte. Von Cholesterinverlusten beim Aufschluss mit Salzsäure kann somit nicht die Rede sein.

Methodik

Vorbereitung zur Analyse (bei Backwaren)

Zur Erlangung eines guten Durchschnittsmusters wird ein gewogener Teil des Gebäcks (bei Cakesformen z.B. ein herausgeschnittener Viertel) in dünne Scheiben geschnitten und dieselben auf einem Teller ausgebreitet und an der Luft, eventuell über einem Heizkörper, vorgetrocknet. Die lufttrockene Masse wird hierauf wieder gewogen und der Gewichtsverlust berechnet. Man zerkleinert sie im Mörser oder in einer Schlagmühle. Das so erhaltene, lufttrockene Pulver, dessen restlicher Wassergehalt noch zu bestimmen ist, verwendet man zur Analyse.

Wassergehalt

Die Bestimmung der restlichen Feuchtigkeit erfolgt entweder durch Trocknen des lufttrockenen Pulvers bei 103—105° bis zur Gewichtskonstanz, oder nach Wuhrmann und Högl ¹⁷) durch einstündiges Trocknen im vorgeheizten Trockenschrank bei 130°.

Extraktion mit Äther

5—10 g fein pulverisiertes Material werden in ein Faltenfilter gewogen und im Extraktionsapparat nach *Pritzker* und *Jungkunz* oder im *Besson*-Kolben erschöpfend mit Äther extrahiert (6—8 Stunden). Nach dem Abdestillieren des Äthers wird der Ätherextrakt bei 103—105° getrocknet und gewogen.

Fettbestimmung nach Grossfeld

Der Aufschluss erfolgt gemäss den Angaben von Grossfeld³), jedoch mit kleineren Einwaagen (10 g statt 100 g).

10 g Substanz werden in einem 200 cm³ fassenden Becherglas mit 40 cm³ Wasser und 5 cm³ 25% iger Salzsäure versetzt und vorsichtig zum Sieden erhitzt. Unter ständigem Umrühren wird während 10—15 Minuten gekocht. Nach dem Erkalten versetzt man mit Kongorot und stumpft den Überschuss an Salzsäure mit 10% iger Natronlauge ab, bis zur violetten Zwischenfarbe des Indikators. Nun versetzt man mit ca. 2 g Bimsteingriess, filtriert durch ein Faltenfilter und wäscht mit Wasser aus. Nach dem Trocknen wird der Rückstand im Mörser fein zerrieben und hierauf in einem Extraktionsapparat mit Äther oder Petroläther extrahiert.

Fettbestimmung nach der internationalen Methode für die Kakao-Industrie

5 g Substanz werden in einem 250 cm³ fassenden Becherglas mit Bimsteingriess versetzt, dann mit 100 cm³ heisser 4 n-Salzsäure übergossen und während ½ Stunde im leichten Sieden erhalten. Dann verdünnt man mit 100 cm³ Wasser, filtriert durch ein angefeuchtetes Faltenfilter und wäscht gut aus. Das Filter wird nach dem Trocknen im Extraktionsapparat mit Petroläther extrahiert.

Halbmikrobuttersäurezahl

Die Bestimmung erfolgt nach den Angaben von Grossfeld ¹⁸). Es ist darauf zu achten, dass die zur Verseifung verwendete 0,5 n-alkoholische Kalilauge mit 90 Vol. ⁰/₀igem Alkohol hergestellt wird. Bei Verwendung der gewöhnlich vorrätigen alkoholischen KOH mit 95 Vol. ⁰/₀igem Alkohol findet man zu niedrige Werte, weil ein Teil der Buttersäure verestert wird und verloren geht, wie Grossfeld ¹⁹) gezeigt hat.

Berechnung des Milchfettgehaltes

a) Bei Abwesenheit von Kokosfett genügt die Bestimmung der Halbmikrobuttersäurezahl (HBuZ).

Milchfettgehalt des Gebäcks = $\frac{0/0 \text{ Gesamtfett · HBuZ}}{20}$

b) Bei Gegenwart von Kokosfett: Man bestimmt neben der Halbmikrobuttersäurezahl (HBuZ) noch die Verseifungszahl (VZ) und benützt die Formel des Lebensmittelbuches.

% Milchfett im Gesamtfett = $5.1 \cdot \text{HBuZ} - (\text{VZ} - 200) \cdot 0.085$

Der Milchfettgehalt des Präparates ergibt sich, indem man den berechneten Milchfettgehalt des Gesamtfettes durch 100 dividiert und mit dem Gesamtfettgehalt multipliziert.

a) Gravimetrisch ¹⁴)

Gesamtsterin

2—4 g des Gesamtfettes werden mit alkoholischer 0,5 n-KOH in üblicher Weise verseift und gleichzeitig die Verseifungszahl bestimmt. Die austitrierte Seifenlösung wird zur Vertreibung des Alkohols auf dem Wasserbad eingeengt und dann in einen Scheidetrichter übergeführt. Nach dem Ansäuern mit 1 cm³ Eisessig werden die Fettsäuren ausgeäthert. Der Äther wird abdestilliert und in den Fettsäuren das Cholesterin nach der von uns modifizierten Digitoninmethode ¹⁴) abgeschieden und gravimetrisch ermittelt.

b) Kolorimetrisch nach Riffart und Keller 16)15).

Berechnung des Eigehaltes

a) in diätetischen Nährmitteln

Die Berechnung des Eigehaltes von diätetischen Nährmitteln aus dem Cholesteringehalt ist in einer früheren Arbeit 15) an einigen praktischen Beispielen gezeigt worden.

b) im Gebäck

Der Gehalt an Trockenvollei lässt sich auch in Backwaren angenähert aus dem Steringehalt des Gebäcks berechnen. Nach eigenen Untersuchungen ²⁰) beträgt der Cholesteringehalt von frischem Eierinhalt im Mittel 0,541 %, von Trockenvollei im Mittel 2,06 %.

Vom gefundenen Gesamtsteringehalt des Gebäckfettes sind vorerst Korrekturen für die aus andern fetthaltigen Zutaten, wie Butter, Margarine und Mehl, stammenden Sterine anzubringen.

Es enthalten im Mittel:

Butterfett = 0.3 % Cholesterin Schweinefett = 0.07 % Cholesterin Kokosfett = 0.1 — 0.2 % Phytosterine Kakaofett = 0.4 % Phytosterine Weissmehl = 0.02 — 0.04 % Phytosterine

Der nach Abzug dieser Korrekturen verbleibende Steringehalt stammt aus dem Eigelb.

Zusammenfassung

- 1. Verschiedene Methoden zur Fettbestimmung in Backwaren wurden an selbst hergestellten Gebäcken von genau bekannter Zusammensetzung überprüft. Die direkte Extraktion mit Äther liefert zu niedrige Werte. Das Säureaufschlussverfahren nach Grossfeld, sowie dasjenige der internationalen Schokolade-Industrie geben gut übereinstimmende und richtige Resultate. Die internationale Methode verdient den Vorzug, weil damit leichter filtrierbare Lösungen erhalten werden.
- 2. Es wird untersucht, ob beim Aufschluss (internationale Methode) Milchfett und Cholesterin verändert werden. Dies ist nach unseren Ergebnissen nicht der Fall; wir fanden im durch Aufschluss erhaltenen Gesamtfett fast durchwegs nahezu die theoretischen Milchfett- und Cholesteringehalte.
- 3. Die internationale Säureaufschlussmethode wurde mit Erfolg auch für die Untersuchung von diätetischen Nährmitteln und Kindermehlen herangezogen. Sie liefert die höchsten Ausbeuten an Gesamtfett. In dem nach dieser Methode isolierten Fett sind richtige Werte für Milchfett (Halbmikrobuttersäurezahl) und Cholesterin gefunden worden.

Résumé

- 1. On a vérifié différentes méthodes pour le dosage de la graisse dans les articles de boulangerie, en les appliquant à des produits de composition exactement connue et que l'on a préparés soi-même. L'extraction directe par l'éther donne des valeurs trop faibles. Le procédé de désagrégation à l'acide, de Grossfeld, de même que celui de l'industrie internationale du chocolat donnent des valeurs justes et bien concordantes. La méthode internationale semble préférable, car elle permet d'obtenir des solutions qui filtrent plus facilement.
- 2. On a recherché si la désagrégation (méthode internationale) modifie la graisse du lait et la cholestérine. Nos résultats montrent que ce n'est pas le cas; nous avons trouvé dans la graisse totale, obtenue par désagrégation, presque toujours les teneurs quasi théoriques en graisse de lait et en cholestérine.
- 3. La méthode internationale de désagrégation à l'acide a également été appliquée avec succès à l'examen de produits diététiques et de farines pour enfants. Elle donne les rendements les plus élevés en graisse totale. On a trouvé dans la graisse, isolée d'après cette méthode, des valeurs correctes pour la graisse du lait (indice butyrique par la semi-microméthode) et pour la cholestérine.

Literatur

- ¹⁾ J. C. Berntrop, Ztschr. angew. Chemie **15**, 121 (1902), zitiert nach H. Röttgers: Lehrbuch der Nahrungsmittelchemie, 5. Aufl., Bd. I, 744 (1926), Verlag Joh. Ambrosius Barth, Leipzig.
- ²) Th. von Fellenberg, diese Mitt. 25, 316 (1934).
- 3) J. Grossfeld, Z.U.L. 74, 284 (1937).
- ⁴) Ch. Arragon, Pharm. Acta Helv. **13**, 146 (1938). Congrès internat des Fabricants de Chocolat et de Cacao, Lausanne 1950. Vol. préparatoire S. 101, Bern, Münzgraben 6.
- ⁵) J. Grossfeld, Z.U.L. **79**, 117 (1940).
- 6) H. Müller, Z.U.L. 75, 150 (1938).
- 7) H. Hadorn und R. Jungkunz, diese Mitt. 41, 137 (1950).
- 8) E. Hoffmann, Getreide, Mehl und Brot 4, 149 (1950).
- 9) F. von Weber, diese Mitt. 20, 356 (1929).
- 10) J. Grossfeld und H. Damm, Z.U.L. 75, 137 (1938).
- 11) J. Kuhlmann und J. Grossfeld, Z.U.L. 51, 40 (1926).
- ¹²) Schweizerisches Lebensmittelbuch, 4. Aufl., S. 78, Druck und Verlag von Zimmermann & Cie. AG, Bern (1937).
- ¹³) A. Beckel, Z.U.L. **79**, 128 (1940).
- ¹⁴) H. Hadorn und R. Jungkunz, diese Mitt. 42, 452 (1951).
- 15) H. Hadorn und R. Jungkunz, diese Mitt. 40, 416 (1949).
- ¹⁶) H. Riffahrt und H. Keller, Z.U.L. **68**, 114 (1934).
- 17) H. Wuhrmann und O. Högl, diese Mitt. 34, 155 (1934).
- 18) J. Grossfeld und F. Wissemann, Z.U.L. 54, 352 (1927).
 - J. Grossfeld, Z.U.L 64, 433 (1932); 70, 459 (1935); 76, 340 (1938). Handbuch der Lebensmittelchemie, Bd. 4, S. 87 (1939), Verlag J. Springer, Berlin Diese Mitt. 40, 459 (1949).
- ¹⁹) J. Grossfeld, Z.U.L. **64**, 437 (1932).
- ²⁰) H. Hadorn und R. Jungkunz, diese Mitt. 43, 1 (1952) (vgl. Tabelle 9, S. 20).