

Zur Bestimmung des Gesamtfettes, Milchfettes und Eigehaltenes in Backwaren und diätetischen Nahrungsmitteln

Autor(en): **Hadorn, H. / Jungkunz, R.**

Objektyp: **Article**

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

Band (Jahr): **43 (1952)**

Heft 3

PDF erstellt am: **21.07.2024**

Persistenter Link: <https://doi.org/10.5169/seals-982644>

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.

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 Nahrungsmitteln

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 feingemahlten Backwaren und Nahrungsmittelpräparaten 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 *Grossfeld*³⁾, bei welchen das Untersuchungsmaterial mit verdünnter 3 bis 7 %iger Salzsäure eine gewisse Zeit lang gekocht wird. Für Kakaoerzeugnisse schreibt die internationale Methode⁴⁾ 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/oiger 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 niedrigerer Milchfettgehalte gefunden werden. Zu ähnlichen Ergebnissen sind wir auch bei Untersuchungen von Milchsokoladen 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 Milchfett 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 weiteren Abklärung einiger diesbezüglicher Fragen verschiedene Fettbestimmungsmethoden an diversen, selbst hergestellten Gebäcken, sowie an einigen Nahrungsmittelpräparaten 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 Eigehtes 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 Eigeht 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

<i>A. Bestandteile</i>	Angewandte Mengen der Zutaten	Entspricht Trockensubstanz	Entspricht Fett im fertigen Gebäck	Fett in der Trockensubstanz des Gebäcks
Weissmehl (Trockensubstanz = 85,6 %/o) (Fettgehalt = 1,1 %/o)	g 250	g 214	g 2,75	%/o 0,97
Vollmilchpulver (Trockensubstanz = 95,0 %/o) (Milchfett = 24,9 %/o)	30	28,5	7,47	2,64
Schweinefett	30	30	30,0	10,60
Backpulver	11	11		
	321	283,5	40,22	14,21
<i>B. Untersuchungsergebnisse</i>	Äther-Extrakt	Aufschluss nach Grossfeld	Aufschluss nach internationaler Methode	Theoretische Werte
Gesamtfett in der Trockensubstanz	13,11 %/o	14,00 %/o 14,18 %/o	14,12 %/o 14,16 %/o	14,21 %/o
Halbmikrobuttersäurezahl des isolierten Fettes	3,61	3,57 3,57	3,78 3,64 3,85 3,64	—
Milchfett im Gesamtfett	18,05 %/o	17,85 %/o	19,1 %/o 18,2 %/o	18,6 %/o
Milchfett im Gebäck	2,37 %/o	2,50 %/o 2,53 %/o	2,70 %/o 2,58 %/o	2,64 %/o

Die vorgetrocknete, pulverisierte Probe, welche zur Analyse verwendet wurde, hatte einen Wassergehalt von 4,74 %/o. 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 %/o zu niedrige Fettausbeute. Als Folge davon wird auch der Milchfettgehalt im Gebäck um 0,27 %/o (oder um 10 %/o 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. Bestandteile		Angewandte Mengen der Zutaten	Entspricht Trockensubstanz	Entspricht Fett im fertigen Gebäck	Fett in der Trockensubstanz des Gebäcks
Weissmehl	(Trockensubstanz = 86,0 %) (Fettgehalt = 1,1 %)	g 210	g 180,6	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	—	—
		310	278,3	44,94	16,15
B. Untersuchungsergebnisse		Äther-Extrakt	Aufschluss nach Grossfeld	Aufschluss nach internationaler Methode	Theoretische Werte
Gesamtfett in der Trockensubstanz	{	14,52 %	15,90 %	15,83 % 15,78 %	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 % 26,8 % 26,8 %	28,2 %
Butterfett im Gebäck	{	3,69 %	4,21 %	4,55 % 4,24 % 4,24 %	4,54 %

* Halbmikrobuttersäurezahl des ausgeschmolzenen Butterfettes: $\frac{19,4}{19,6}$

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
Korrektur *) für das vorhandene Kokosfett (32 %)	=	0,16
Halbmikrobuttersäurezahl korrigiert	=	9,56
Halbmikrobuttersäurezahl des ausgeschmolzenen Butterfettes (Mittel)	=	18,0

$$\text{Butterfett im Gesamtfett} = \frac{9,56 \cdot 100}{18,0} = 53,2 \text{ \%}$$

$$\text{Butterfett im Gebäck} = \frac{53,2 \cdot 27,5}{100} = 14,6 \text{ \%}$$

*) 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 mg ^{0/0}
b) im Fett nach internationaler Aufschlussmethode	=	227 mg ^{0/0}

Tabelle 3 Butter- und Eiercakes

A. Bestandteile		Angewandte Mengen der Zutaten	Entspricht Trockensubstanz	Entspricht Fett im fertigen Gebäck	Fett in der Trockensubstanz des Gebäcks
		g	g	g	%
Weissmehl	(Trockensubstanz = 86,0 %) (Fettgehalt * = 1,19 %)	200	172,0	2,4	0,43
Butter	(Trockensubstanz = 84,7 %) (Butterfett ** = 84,0 %)	100	84,7	84,0	14,90
Volleipulver	(Trockensubstanz = 94,3 %) (Fettgehalt * = 40,1 %)	50	47,2	20,1	3,56
Kokosfett		50	50,0	50,0	8,86
Zucker		200	200,0	—	—
Backpulver, Salz		10	10,0	—	—
		610	563,9	156,5	27,75
B. Untersuchungsergebnisse			Äther-Extrakt	Aufschluss n. internat. Methode	Theoretische Werte
Gesamtfett in der Trockensubstanz			26,86 % 26,66 %	27,52 % 27,46 %	27,75 %
Halbmikrobuttersäurezahl des isolierten Fettes			9,98 9,97	9,66 9,78	—
Verseifungszahl des Fettes			225,4 225,5	225,0 226,6	—
Butterfett im Gesamtfett ber. nach Lebensmittelbuch (HBuZ = 20)			48,7 %	47,2 %	53,7 %
Butterfett im Gesamtfett ber. nach <i>Kuhlmann</i> und <i>Grossfeld</i> (HBuZ = 20)			48,7 %	47,7 %	
Butterfett im Gesamtfett ber. nach <i>Kuhlmann</i> und <i>Grossfeld</i> unter Benützung der gefundenen HBuZ = 18			54,5 %	53,2 %	
Butterfett im Gebäck ber. nach Lebensmittelbuch (HBuZ = 20)			13,1 %	13,0 %	14,90 %
Butterfett im Gebäck ber. nach <i>Kuhlmann</i> und <i>Grossfeld</i> (HBuZ = 20)			13,0 %	13,1 %	
Butterfett im Gebäck ber. nach <i>Kuhlmann</i> und <i>Grossfeld</i> unter Benützung der gefundenen HBuZ = 18			14,5 %	14,6 %	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.

200 g Weissmehl	(Phytosteringehalt des lufttrockenen Mehles	= 20,5 mg ^{0/0})	=	41 mg
84,0 g Butterfett	(Cholesteringehalt	= 300 mg ^{0/0})	=	252 mg
50 g Kokosfett	(Phytosteringehalt	= 100 mg ^{0/0})	=	50 mg
50 g Volleipulver	(Cholesteringehalt des lufttrockenen Eipulvers	= 1,96 %)	=	980 mg
Gesamtsterin in 563,9 g Cakes (Trockensubstanz)				= 1323 mg
Steringehalt in der Trockensubstanz des Cakes berechnet				= 235 mg ^{0/0}
Bei der Analyse gefunden (Mittel)				= 226 mg ^{0/0}

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 Nahrungsmitteln

Zur Fettbestimmung in diätetischen Nahrungsmitteln, Sport- und Frühstückspräparaten haben wir seinerzeit ¹⁵⁾ eine Modifikation der *Grossfelds*chen 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 *Nahrungsmitteln* erfolgreich angewendet werden kann.

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

Zur Überprüfung der beiden Methoden wurden zwei verschiedene Nahrungsmittelpräparate und ein Kindermehl untersucht. Das Nahrungsmittel 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 %.

Nahrungsmittel 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 Nahrungsmitteln 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 Nahrungsmittelpräparat 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 *Digitonin*methode¹⁴⁾.

Tabelle 4

Bestimmung von Gesamtfett und MilCHFett nach verschiedenen Methoden

	Gesamtfett		Halbmikrobuttersäurezahl		Milchfett im Präparat	
	Koagulations-Methode	HCl-Aufschluss-Methode	Koagulations-Methode	HCl-Aufschluss-Methode	Koagulations-Methode	HCl-Aufschluss-Methode
	0/0	0/0			0/0	0/0
<i>Nährmittel A</i>						
1. Bestimmung	7,73	7,94	9,52	9,09		
2. Bestimmung	7,76	7,94	9,64	9,27		
3. Bestimmung		7,92				
Mittel	7,75	7,93	9,58	9,18	3,71	3,64
<i>Nährmittel B</i>						
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
<i>Kindermehl C</i>						
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	HCl-Aufschluss-Methode
Gravimetrische Digitonidmethode	120 mg ^{0/0}	118 mg ^{0/0}
Kolorimetrisch nach <i>Riffart</i> und <i>Keller</i>	117 mg ^{0/0}	144 mg ^{0/0}
	125 mg ^{0/0}	151 mg ^{0/0}
	122 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 *Grossfeld* ³⁾, 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 1/4 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.-%igem Alkohol hergestellt wird. Bei Verwendung der gewöhnlich vorrätigen alkoholischen KOH mit 95 Vol.-%igem 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).

$$\text{Milchfettgehalt des Gebäcks} = \frac{\% \text{ Gesamtfett} \cdot \text{HBuZ}}{20}$$

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

$$\% \text{ Milchfett im Gesamtfett} = 5,1 \cdot \text{HBuZ} - (\text{VZ} - 200) \cdot 0,085$$

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 Digitoninmethode¹⁴⁾ abgeschieden und gravimetrisch ermittelt.

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

Berechnung des Eigehaltes

- a) *in diätetischen Nahrungsmitteln*

Die Berechnung des Eigehaltes von diätetischen Nahrungsmitteln aus dem Cholesteringehalt ist in einer früheren Arbeit¹⁵⁾ 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 Untersuchungen²⁰⁾ 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 Nahrungsmitteln 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).