

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

Herausgeber: Bundesamt für Gesundheit

Band: 83 (1992)

Heft: 6

Artikel: Zur quantitativen Bestimmung von Milchfett in Fettmischungen mittels gaschromatographischer Triglyceridanalyse = On the determination of the content of butter fat in fat Mixtures by capillary gas chromatography

Autor: Schneller, R. / Wullschleger, R.

DOI: <https://doi.org/10.5169/seals-982284>

Nutzungsbedingungen

Die ETH-Bibliothek ist die Anbieterin der digitalisierten Zeitschriften. 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. [Siehe Rechtliche Hinweise.](#)

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. [Voir Informations légales.](#)

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. [See Legal notice.](#)

Download PDF: 02.02.2025

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

Zur quantitativen Bestimmung von Milchfett in Fettmischungen mittels gaschromatographischer Triglyceridanalyse

On the Determination of the Content of Butter Fat in Fat Mixtures by Capillary
Gas Chromatography

R. Schneller und *R. Wullschleger*
MGB, Zentral-Laboratorium, Zürich

Einleitung

Zur Bestimmung des Milchfettgehaltes von Fettmischungen werden verschiedene Untersuchungsmethoden, wie die Halbmikrobuttersäurezahl oder die gaschromatographische Analyse des Buttersäuremethylesters (1), herangezogen. Diese Methoden sind zeitintensiv und lassen wegen der natürlichen Schwankung der Milchfettzusammensetzung (zurückzuführen auf fütterungsbedingte und genetische Einflüsse sowie des Laktationsverlaufes) nur eine begrenzte quantitative Aussage über den Milchfettgehalt zu. Gemäss Schweizerischem Lebensmittelbuch (2) liegt der Buttersäuregehalt bei 95% aller Butter zwischen 3,5% und 4%, was einem Schwankungsbereich von $\pm 6,7\%$ entspricht.

Als Grundlage für die vorliegende Arbeit diene uns die von *Grob* et al. vorgeschlagene kapillargaschromatographische Methode (3), wonach der Milchfettgehalt durch Quantifizierung der milchfettspezifischen Triglyceridgruppen (Acyl C-34/C-36) ermittelt wird. Ziel der vorliegenden Arbeit war, abzuklären, ob diese Untersuchungsmethode eine schnellere und vor allem auch zuverlässigere Aussage über den Milchfettgehalt zulässt, als dies mit den heute üblichen Methoden möglich ist.

Die Methodik und Reproduzierbarkeit wurde überprüft und der Schwankungsbereich der Triglyceridgruppe Acyl C-34 im Halbjahresverlauf untersucht.

Methoden

Prinzip

Mit einer hochauflösenden polaren Trennsäule lassen sich Triglyceride gaschromatographisch nach der Acyl-C-Zahl und der Polarität trennen. Auf die Bestimmung der Triglycerid-Acyl-C-36-Gruppe wurde allerdings verzichtet, da diese unter den von uns gewählten gaschromatographischen Bedingungen nur ungenügend aufgelöst wird.

Als Leitsubstanz, zur Berechnung des Milchfettgehaltes, diente der polare Anteil der Triglycerid-Acyl-C-34-Gruppe. Die quantitative Bestimmung erfolgte mittels interner Standardmethode. Durch Zugabe des internen Standards Tetracontan (n-C 40 Alkan) zu reinem Milchfett wurde der Korrekturfaktor ermittelt (Elution des Standards vor den Triglyceridgruppen C-34 bzw. C-36). Zur Analyse wurde der Standard in der Größenordnung des zu erwartenden Milchfettgehaltes zugegeben, welcher somit quantitativ bestimmt werden konnte.

Gaschromatographische Parameter

Gaschromatograph:	VARIAN 3400 (on-column) mit beheizbarem Injektor-Block
Trennsäule:	Fused silica OV 61-OH 15 m x 0,32 mm, Schichtdicke 0,1 µm
Detektor:	FID (VARIAN) Trägergas (H ₂): 3,2 ml/min
Injektionsvolumen:	0,6 µl

Temperaturprogramm

Säulenofen	
Anfangstemperatur:	60 °C
Haltezeit:	1 min
Aufheizen auf 240 °C:	30 °C/min
Aufheizen 240–355 °C:	5 °C/min
Haltezeit:	10 min
Injektor	
Anfangstemperatur:	60 °C
Haltezeit:	30 sec
Aufheizen 60–355 °C:	100 °C/min
Detektortemperatur:	390 °C
Integrator:	Spectra Physics

Reagenzien

Hexan p.a.	(Merck Nr.: 4367)
Tetracontan	(Fluka Nr.: 87087)
Tetrachlorethylen	(Fluka Nr.: 86970)
Natriumsulfat	(Merck Nr.: 6649)
Ether	(Merck Nr.: 921)
Interne Standardlösung:	100 mg Tetracontan gelöst in 100 ml Tetrachlorethylen.

Durchführung der Bestimmungen

Das Fett aus wasserhaltigen Fettmischungen wurde durch Ausschmelzen bei ca. 70 °C gewonnen, in Ether gelöst und über Natriumsulfat getrocknet.

Bestimmung des Korrekturfaktors

Ca. 30 mg Milchfett wurde in einen 50-ml-Messkolben genau eingewogen, 1 ml interner Standard zugefügt, mit Hexan auf 50 ml aufgefüllt und zur Injektion verwendet.

Gehaltsbestimmung in Fettmischungen

Ca. 30 mg der Probe wurden in einen 50-ml-Messkolben genau eingewogen, mit Standardlösung versetzt (in der Größenordnung des zu erwartenden Milchfettgehaltes), mit Hexan auf 50 ml aufgefüllt und injiziert.

Berechnung

Der Milchfettgehalt der Probe wird nach folgender Formel berechnet:

Bestimmung des Korrekturfaktors KF (C-34):

$$\text{KF (C-34)} = \frac{E(M) \times A(S)}{E(S) \times A(C-34)}$$

E(M)	=	Einwaage Milchfett (mg)
A(S)	=	Fläche interner Standard
E(S)	=	Einwaage interner Standard (mg)
A(C-34)	=	Fläche Triglycerid Acyl C-34 (pol. Anteil)

Bestimmung des Milchfettgehaltes (MFG) in Massenprozent:

$$\text{MFG} = \frac{E(S) \times A(C-34)}{E(P) \times A(S)} \times \text{KF (C-34)} \times 100$$

- E(S) = Einwaage interner Standard (mg)
A(C-34) = Fläche Triglycerid Acyl C-34 (pol. Anteil)
E(P) = Probeneinwaage (mg)
A(S) = Fläche interner Standard
KF (C-34) = Korrekturfaktor

Resultate

Um die Reproduzierbarkeit der Methode zu überprüfen, wurde mehrfach eine Eichung mit reinem Milchfett zur Bestimmung des Korrekturfaktors durchgeführt (Abb. 1).

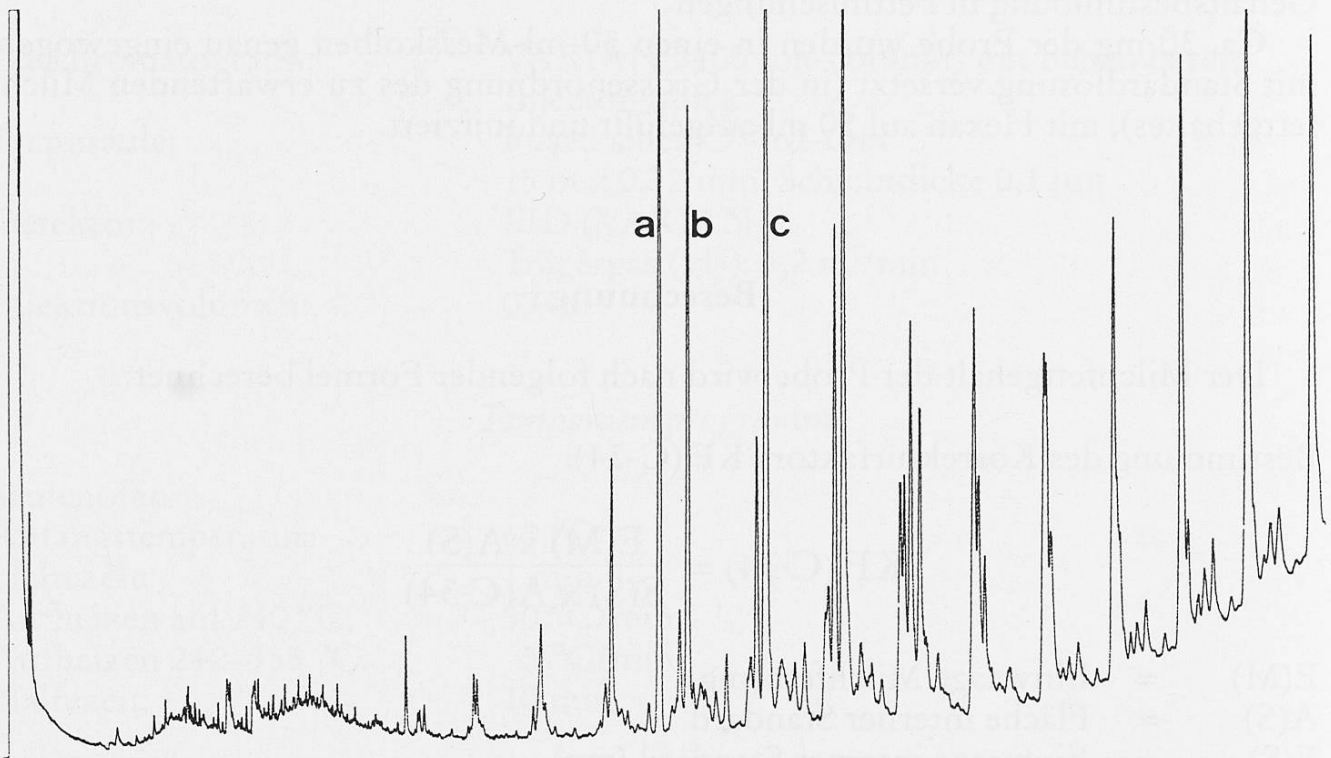


Abb. 1. Gaschromatogramm einer Eichung von reinem Milchfett (Standard-Zugabe: 3,1% bzw. Einwaage)

- a = interner Standard
b = polarer Anteil des Milchfett-Triglycerids (Acyl C-34)
c = polarer Anteil des Milchfett-Triglycerids (Acyl C-36)

Mittelwert des Korrekturfaktors

(\pm Standardabweichung):

$36,82 \pm 0,43$

($n = 9$)

Variationskoeffizient:

1,2%

Das geeichte Milchfett wurde für eine Probenmischung eingesetzt (Milchfettgehalt 12,5% in Kakaobutter) und mehrmals analysiert.

Mittelwert des Milchfettgehaltes

(\pm Standardabweichung):

$12,46 \pm 0,085\%$

($n = 16$)

Variationskoeffizient:

0,7%

Bei Kenntnis des verwendeten Milchfettes zeigt die Analyse eine sehr gute Reproduzierbarkeit.

Als Beispiele für durchgeführte Untersuchungen siehe Abbildungen 2 und 3.

Über den natürlichen Schwankungsbereich der Triglycerid-Acyl-C-34-Gruppe

Precht (4) analysierte, mittels einer gepackten Säule, die Triglyceridzusammensetzung von 755 Milchfettproben und stellte einen Schwankungsbereich der Triglycerid-Acyl-C-34-Gruppe (Gesamtriglycerid: polarer/unpolarer Anteil) von $\pm 34\%$ fest.

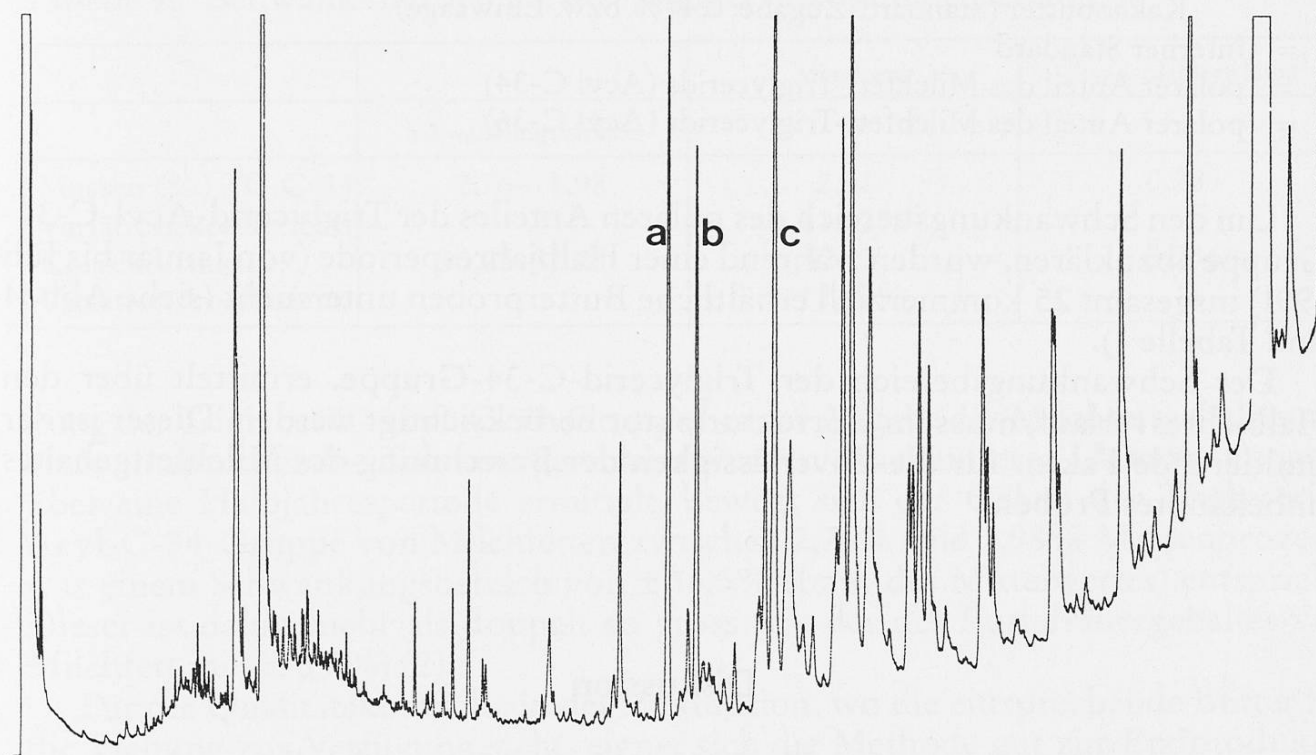


Abb. 2. Gaschromatogramm einer Fettmischung mit 14,4% Milchfettanteil in Kakaobutter (Standard-Zugabe: 0,46% bzw. Einwaage)

a = interner Standard

b = polarer Anteil des Milchfett-Triglycerids (Acyl C-34)

c = polarer Anteil des Milchfett-Triglycerids (Acyl C-36)

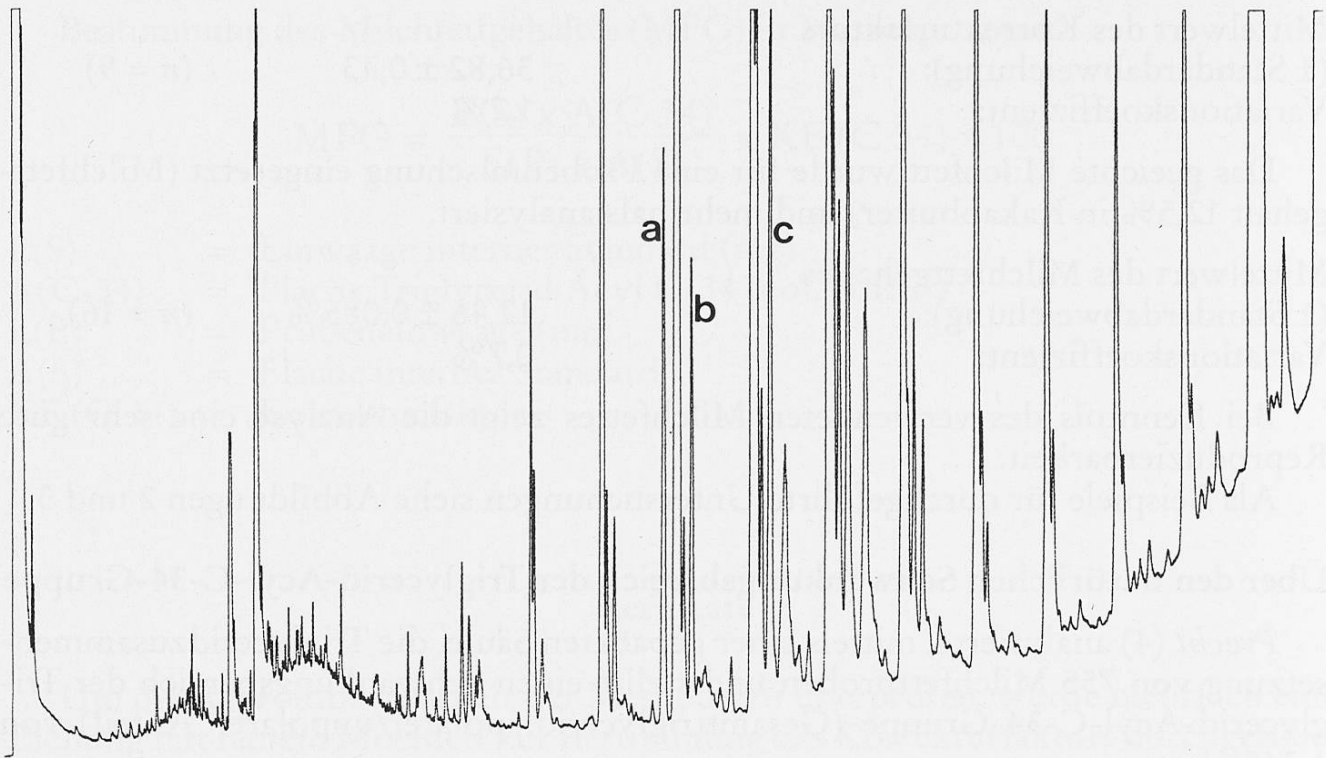


Abb. 3. Gaschromatogramm einer Fettmischung mit 13% Milchfett und 13,6% Cocosfett in Kakaobutter (Standard-Zugabe: 0,44% bzw. Einwaage)

- a = interner Standard
- b = polarer Anteil des Milchfett-Triglycerids (Acyl C-34)
- c = polarer Anteil des Milchfett-Triglycerids (Acyl C-36)

Um den Schwankungsbereich des polaren Anteiles der Triglycerid-Acyl-C-34-Gruppe abzuklären, wurden während einer Halbjahresperiode (von Januar bis Juli 1991) insgesamt 25 kommerziell erhältliche Butterproben untersucht (siehe Abb. 4 und Tabelle 1).

Der Schwankungsbereich der Triglycerid-C-34-Gruppe, ermittelt über den Halbjahresverlauf, muss im Korrekturfaktor berücksichtigt werden. Dieser ist der limitierende Faktor für die Zuverlässigkeit der Berechnung des Milchfettgehaltes unbekannter Proben.

Diskussion

Die aufgezeigte Analysenmethode ist aufgrund ihrer schnellen und einfachen Durchführbarkeit den herkömmlichen Methoden wie Halbmikrobuttersäurezahl und der gaschromatographischen Bestimmung des Buttersäuremethylesters überlegen.

Allerdings muss bei Unkenntnis der Milchfettzusammensetzung, wie dies üblicherweise bei Handelsproben der Fall ist, aufgrund der jahreszeitlichen Schwan-

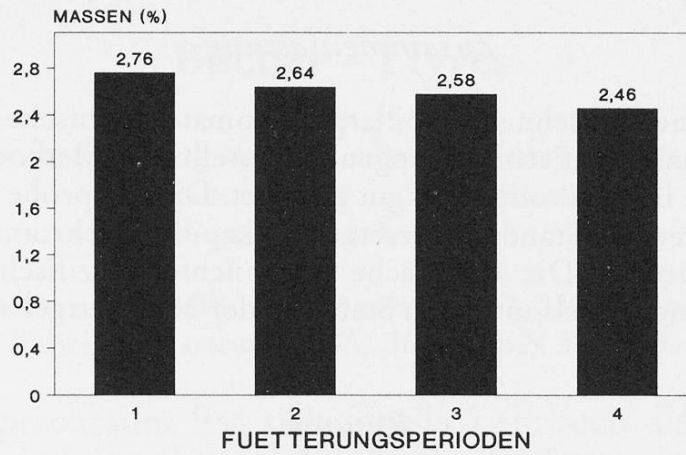


Abb. 4. Massenprozentanteil des Triglycerids Acyl C-34 (polarer Anteil) von Butter aus verschiedenen Fütterungsperioden

1. Dürrfütterung: 9. Januar
2. Dürrfütterung: 27. März
3. Übergangsperiode
4. Grasfütterung: 7. Mai

Tabelle 1. Schwankungsbereich der Triglyceridzusammensetzung

	Schwankungsbereich	Mittelwert \bar{x}	Standardabweichung s
Massen (%) TG C-34	2,76– 1,98	2,41	0,28
Variationskoeffizient:		11,62%	
Korrekturfaktor:	36,23–51,28	42,13	5,236
Variationskoeffizient:		12,42%	

kung der Triglycerid-Acyl-C-34-Gruppe bei der Angabe des Milchfettgehaltes mit einer entsprechenden Toleranz gerechnet werden. Nach unseren Untersuchungen, über eine Halbjahresperiode ermittelt, bewegt sich der Gehalt der Triglycerid-Acyl-C-34-Gruppe von Milchfetten zwischen 2,76% und 1,98% Massenprozent, was einem Schwankungsbereich von $\pm 16,5\%$ (bzw. des Mittelwertes) entspricht. Dieser ist damit mehr als doppelt so gross wie der des Buttersäuregehaltes von Milchfett mit ($\pm 6,7\%$) (2).

Für die Qualitätskontrolle in der Produktion, wo die entsprechende Butter für die Eichung zur Verfügung steht, eignet sich die Methode gut zur Endproduktkontrolle.

Zusammenfassung

Es wird eine einfache und schnelle kapillargaschromatographische Methode zur Bestimmung des Milchfettgehaltes in Fettmischungen vorgestellt. Die Methode ist vor allem für die Endproduktkontrolle in der Produktion gut geeignet. Die Fettprobe wird in Hexan gelöst, mit Tetracontan als internem Standard versetzt und kapillargaschromatographisch (On-column-Methode) aufgetrennt. Die Peakfläche der milchfettsspezifischen Triglyceridgruppe C-34 wird bestimmt und mittels internem Standard der Milchfettgehalt berechnet.

Résumé

Une méthode simple et rapide utilisant la chromatographie capillaire en phase gazeuse a été appliquée pour la détermination de la teneur en matière grasse du lait des mélanges de graisses. La méthode se prête avant tout au contrôle des produits finis en production.

La graisse est solubilisée dans l'hexane, du tétracontane est ajouté comme standard interne et l'échantillon est séparé par chromatographie (on-column). La surface du pic du groupe des triglycérides C-34, spécifique de la matière grasse du lait, est déterminée. À l'aide du standard interne on calcule la teneur en matière grasse du lait.

Summary

A simple and quick method using capillary gas chromatography is applied for the determination of the content of butter fat in fat mixtures. This method is suitable primarily for the control of finished products in the production.

The fat is dissolved in hexane, tetracontane is added as an internal standard, and the sample is analysed by chromatography with on-column injection. The area of the peak containing the triglyceride group C-34 which is specific for butter fat is determined. Based on the internal standard the content of butter fat is calculated.

Literatur

1. *Arens, M. und Gertz, Chr.*: Bestimmung der Buttersäure. *Fat. Sci. Technol.* **92**, 61–63 (1990).
2. Schweizerisches Lebensmittelbuch, 5. Auflage, Kapitel 6, (5): Butter.
3. *Grob K., Jr., Neukom, H.P. and Battaglia, R.*: Triglyceride analysis with glass capillary gas chromatography. *JAOCS* **57**, 282–285 (1980).
4. *Precht, D.*: Quantitativer Nachweis von Milchfett in Schokoladenmischungen, I: Bestimmung von Milchfettanteilen in Kakaobutter. *Fat. Sci. Technol.* **92**, 153–161 (1990).

R. Schneller
R. Wullschleger
Migros-Genossenschafts-Bund
Zentrallaboratorium
Postfach 266
CH-8031 Zürich