



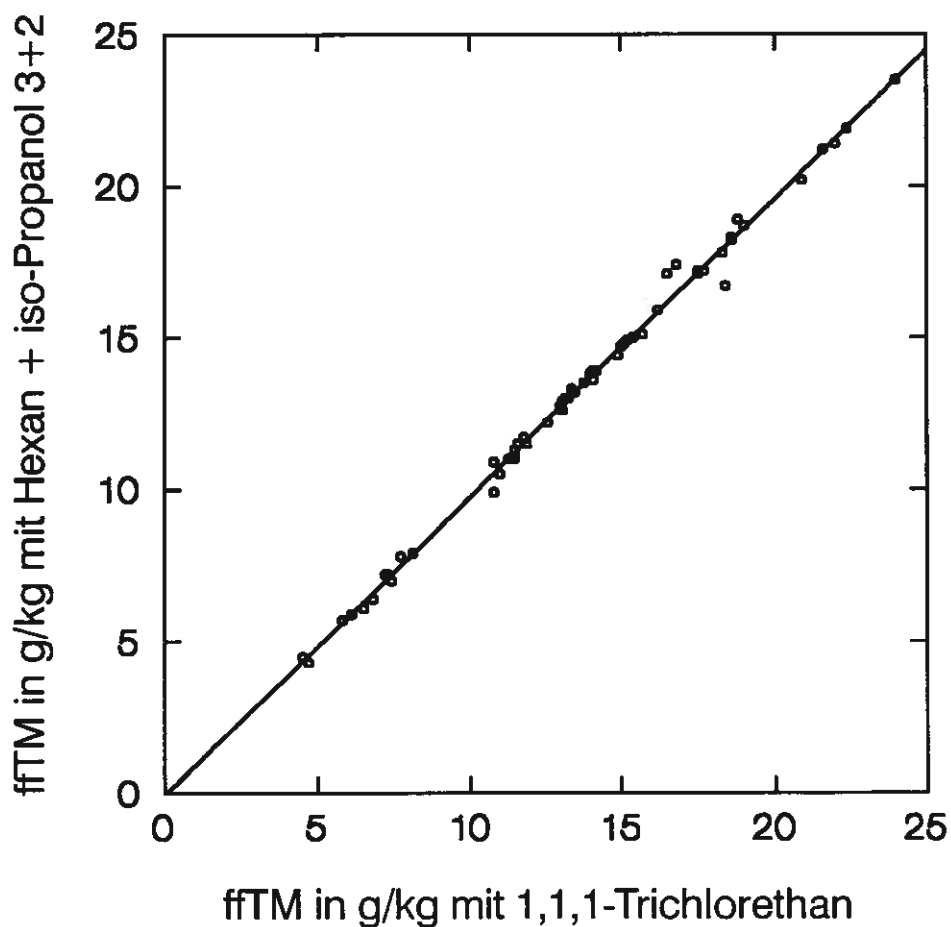
— INFORMATION

September 1992/256 P
Forschungsanstalt
für Milchwirtschaft

CH-3097 Liebefeld-Bern

Ersatz von halogenierten Lösungsmitteln bei der Bestimmung der fettfreien Trockenmasse in Butter

R. Badertscher, M.L. Geisinger und
P. Gerber (Butyra)



Ersatz von halogenierten Lösungsmitteln bei der Bestimmung der fettfreien Trockenmasse in Butter

Ersatz von 1,1,1-Trichlorethan durch Hexan+Isopropanol 3+2 (v+v)

1. Einleitung

Die fettfreie Trockenmasse (ffTM) und der daraus berechnete Fettgehalt werden für die Qualitätsbeurteilung von Butter verwendet.

Das bei der Fettextraktion verwendete Lösungsmittel ist aus toxikologischen und ökologischen Überlegungen in den letzten Jahren ständig angepasst worden. Ersetzt wurden bis heute Tetrachlorkohlenstoff durch Chloroform und dieses durch 1,1,1-Trichlorethan.

Die vorliegende Arbeit schlägt den Ersatz von 1,1,1-Trichlorethan durch n-Hexan+Isopropanol 3+2 (v+v) vor. Ein Lösungsmittelvergleich über den vollständigen Wertebereich der in der Schweiz käuflichen Buttersorten wurde durchgeführt. Die Light-Butter Sorten wurden nicht mit einbezogen.

2. Experimenteller Teil

2.1 Probenwahl

Anzahl der untersuchten Butterproben der Butyra = 60

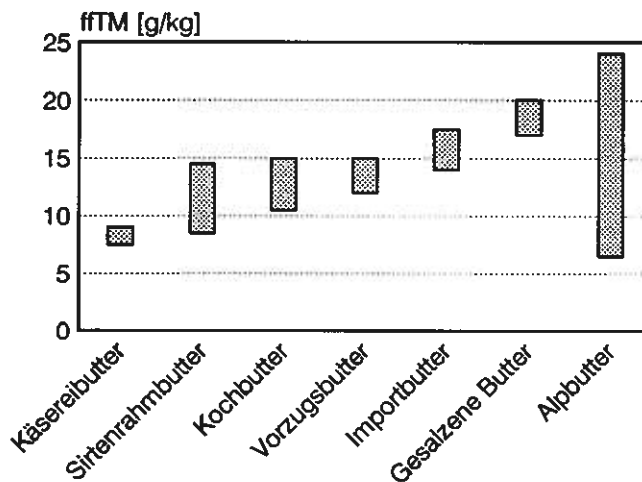


Abb. 1: Normalbereiche der fettfreien Trockenmasse der untersuchten Buttersorten

Bezeichnung	ffTM-Bereich in g/kg
Käseireibutter	7.5 - 9.0
Sirtenrahmbutter	8.5 - 14.5
Kochbutter	10.5 - 15.0
Vorzugsbutter	12.0 - 15.0
Importbutter	14.0 - 17.5
Gesalzene Butter	17.0 - 20.0
Alpbutter	6.5 - 24.0

Tab. 1: Wertetabelle zu Abb. 1

Um eine möglichst lückenlose Bandbreite zu erhalten wurden diverse Proben gemischt. So konnte ein Wertebereich von 4.50 - 24.00 g/kg ffTM abgedeckt werden.

2.2 Analysenmethode

Die Bestimmung der fettfreien Trockenmasse erfolgte nach der im Schweiz. Lebensmittelbuch (1) aufgeführten Methode. Einige Arbeitsschritte, insbesondere die Probenvorbehandlung und die Fettextraktion, werden unten noch präziser beschrieben.

Reagenzien

1,1,1-Trichlorethan p.A.
n-Hexan p.A.
Isopropanol p.A.

Geräte

Analysenwaage
Filtertiegel 10D-3 (Duran, Ø: 25 mm, h: 35-45 mm)
Trockenschrank 102 +/- 2°C
Glaszylinder (Ø 4 cm, h: 14 cm mit Stopfen)

Probenvorbehandlung

- Butter vor der Analyse bei 15°C lagern
- aus der Mitte eines Buttermödelis in Längsrichtung ein ca. 1 cm breites Stück ausschneiden, linkes und rechtes Ende (ca. 1 cm) entfernen, in den Glaszylinder geben und diesen mit dem Stopfen verschliessen
- Butter im Glaszylinder mit Hilfe eines dicken Glasstabes oder eines Butterhomogenisators homogenisieren
(Vorsicht: falls länger als 1 Min. homogenisiert wird, besteht die Gefahr, dass sich die Buttermasse entmischt)
- mit dem Glasstab über die Wandung des Glaszylinders fahren, so dass beim Herausnehmen eine ca. 1,5 cm dicke Butterschicht haften bleibt
- mit einem Spatel ein 2-3 g schweres Stück Butter abnehmen und im Filtertiegel auf 1 mg genau wägen

Trocknung und Extraktion

Als Extraktionsmittel diente

- | | |
|----------------------------------|-------------------------------|
| a) bei der herkömmlichen Methode | : 1,1,1-Trichlorethan |
| b) bei der neuen Methode | : Hexan+Isopropanol 3+2 (v+v) |

- die Butter im Tiegel im Trockenschrank bei 102°C während 4 h trocknen
- warme Tiegel mit dem Extraktionsmittel füllen und warten bis die Hälfte des Lösungsmittels abgeflossen ist
- die andere Hälfte auf der Saugflasche absaugen und mehrmals mit total ca. 50 ml Extraktionsmittel nachspülen
- ohne Vakuum erneut den Tiegel bis zur Hälfte mit Extraktionsmittel füllen, den Bodensatz aufwirbeln und anschliessend gut absaugen
- den äusseren unteren Teil des Tiegels mit dem Extraktionsmittel abspülen
- 1 h bei 102°C trocknen (Umluftfunktion sollte ausgeschaltet sein)
- 1 h im Exsikkator abkühlen lassen und zurückwägen

3. Resultate und Diskussion

Abbildung 2 zeigt den Vergleich der ffTM-Werte die mit den unterschiedlichen Extraktionsmitteln erhalten wurden. Die sehr gute Übereinstimmung auf dem unten aufgeführten Punktediagramm konnte mit einem F-Test als statistisch gesichert nachgewiesen werden.

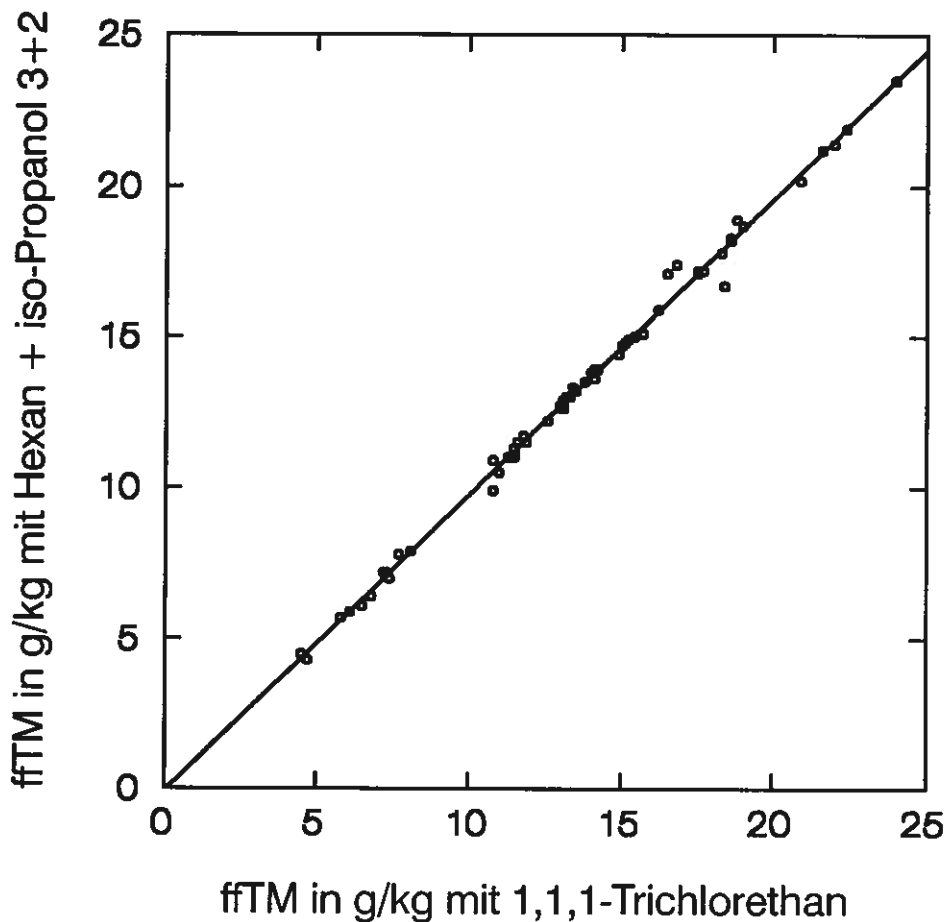


Abb. 2: Vergleich der ffTM-Bestimmung in Butter mit unterschiedlichen Extraktionsmitteln

Die Regressionsgerade weist folgende Parameter auf:

• Anzahl Wertepaare	=	60
• Steigung β	=	0.983
• Nullpunktsordinate α	=	-0.083
• Bestimmtheitsmass B (r^2)	=	0.996

Die Steigung β der Regressionsgeraden unterscheidet sich statistisch nicht von eins :

$$F_{(\beta=1;P=0.95)} = 4.0 < F_{(0.95;1,58)} \approx 4.01$$

Die Nullpunktsordinate α ist statistisch nicht von Null verschieden :

$$F_{(\alpha=0;P=0.95)} = 0.5 < F_{(0.95;1,58)} \approx 4.01$$

Aus den beiden F-Tests lässt sich folgern, dass die Bestimmung der fettfreien Trockenmasse in Butter mit Hexan+Isopropanol 3+2 (v+v) als Extraktionsmittel die selben Resultate liefert wie die Bestimmung mit 1,1,1-Trichlorethan.

4. Schlussfolgerung

In Zukunft muss aus toxikologischen und ökologischen Überlegungen 1,1,1-Trichlorethan als Fettlösungsmittel bei der Bestimmung der fettfreien Trockenmasse in Butter ersetzt werden. Als Ersatz wird ein Gemisch aus n-Hexan+Isopropanol im Verhältnis 3+2 (v+v) vorgeschlagen. Mit diesem Gemisch werden über den vollständigen Wertebereich der in der Schweiz käuflichen Buttersorten statistisch die selben Resultate erhalten wie bei der Extraktion mit 1,1,1-Trichlorethan. Zwei Nachteile des neuen Extraktionsmittels sind die erhöhte Brandgefahr und der zusätzliche Arbeitsaufwand des Mischens. Trotzdem wird das halogenfreie Lösungsmittelgemisch für die Bestimmung der fettfreien Trockenmasse in Butter empfohlen.

LITERATUR

- (1) N.N. Methode 6/04. Schweiz. Lebensmittelbuch 5. Aufl., 2. Bd. (1973)
- (2) Wolff, R.L., Fabien, R.J.: Utilisation de l'isopropanol pour l'extraction de la matière grasse de produits laitiers et pour l'estérification subséquente des acides gras. *Le lait* **69**, 33-46 (1989)