

Zeitschrift für angewandte Chemie.

1889. Heft 15.

Verfahren bei der gewichtsanalytischen Bestimmung des Fettes der Milch.

Von

Th. Dietrich.

Vorsteher der landwirthschaftlichen Versuchsstation zu Marburg.

In Folge wiederholter Anfragen theile ich hier in Kürze das einfache und bewährte Verfahren mit, nach welchem in der hiesigen Versuchsstation die Bestimmung des Fettes in Milch ausgeführt wird. Dasselbe ist namentlich für die Ausführung grösserer Reihen von Bestimmungen zweckmässig und gewährt für diesen Zweck gegenüber den verschiedenen sonst üblichen Verfahren wesentliche Vortheile. Die hiesige V.-St. hat jährlich etwa 2000 Proben Milch, von denen meist 50 bis 70 oder mehr gleichzeitig ankommen, auf Fettgehalt zu untersuchen und ist diese Arbeit mittels des zu beschreibenden Verfahrens leicht zu bewältigen. Die Milchproben sind bei ihrer Ankunft in der Regel gesäuert und schon mehr oder weniger dick. Das sonst so vortreffliche aräometrische Verfahren nach Soxhlet mit seinen verschiedenen Abänderungen lässt da vollständig in Stich, wenigstens ist es uns hier nicht gelungen, unter diesem Umstande mit zufriedenstellendem Erfolge zu arbeiten. Der Fettgehalt der Milch muss also auf gewichtsanalytischem Wege bestimmt werden.

Um nun das umständliche zeitraubende Eintrocknen der abgewogenen Milch mit Sand oder Gyps und das nachfolgende Pulvern der Masse, wobei ja leicht auch Verluste eintreten können, zu umgehen, wird hier seit bereits 6 Jahren nach nachstehendem Verfahren gearbeitet. Dasselbe gipfelt darin, dass man die abgewogene Milch nicht von Sand oder Gyps, sondern von Watte einsaugen und mit dieser trocknen lässt. Das Ausziehen mit Äther erfolgt dann im Soxhlet'schen, etwas von uns abgeänderten Extractionsapparat.

Filtrirpapier wird in etwa 27 cm lange und 8 cm breite Streifen geschnitten und über einen soliden Holzcyylinder von 28 mm Durchmesser fest gewickelt und solcherweise eine 5 bis 6 cm hohe, unten geschlossene

Papierhülse hergestellt, wie das von Soxhlet für seinen Extractionsapparat bei Fettbestimmungen in Futtermitteln u. s. w. vorgeschrieben wurde. Darnach fertigt man in gleicher Weise eine Hülse von Watte an, die genau in die Papierhülse hineinpasst. Eine Lage Watte — wir verwenden dazu schneeweisse Verbandwatte¹⁾ — wird in entsprechend lange und breite Streifen geschnitten, diese um einen Cylinder von 20 mm Durchmesser sehr fest aufgewickelt, unten zu einem Zipfel zusammengedreht und mittels des Holzcyinders als Handhabe in die bereit liegende Papierhülse eingefügt. Durch mehrmaliges Aufstossen des Holzcyinders wird die am Boden befindliche Watte zusammengepresst und so ein dichter Boden von Watte gebildet. Nach dem Herausziehen des Holzcyinders ist eine Doppelhülse oder ein doppelwandiger Cylinder, aussen von Filtrirpapier, innen von Watte fertig. Die Dicke der Watteschicht beträgt 4 bis 5 mm. Den Hohlcyylinder in der Hülse kann man bis zur Hälfte ganz lose mit Watte füllen. Das Anfertigen der Hülsen macht keine Schwierigkeiten, es ist bald erlernt; hier werden diese Hülsen von einem Mädchen im Vorrath angefertigt.

Die Milch, die wie bemerkt, meist sauer und im Gerinnen begriffen hier ankommt, wird in den zu $\frac{3}{4}$ gefüllten Flaschen mit einigen Tropfen starken Ammoniaks oder auch bei grösserem Bedarf mit einer abgemessenen Menge versetzt; dann wird tüchtig geschüttelt, bis die Milch wieder eine vollkommen homogene Flüssigkeit bildet. Dann werden ohne Anwendung einer Pipette sofort davon etwa 15 bis 20 g in ein Wägeröhrchen eingegossen, dieses mit einem Gummistopfen verschlossen und alsbald gewogen. Nach dem Wiegen giesst man die Milch unmittelbar in die Wattehülse ein und wiegt das entleerte Röhrchen zurück. Die mit Milch beschickten Hülsen stellt man in kleine Glasschälchen mit flachem Boden und Ausguss und mit diesen in einen Trockenschrank, in welchem bei 60 bis 80° C. getrocknet wird. Die Glasschälchen haben den doppelten Zweck, den Hülsen einen Halt zu

¹⁾ Bezogen in ausgezeichnete Qualität von M. Küstermann's Nachfolger in Freiburg a. d. U.

gewähren, damit sie aufrecht stehen bleiben und ferner den, etwa durchsickernde Milch aufzunehmen. Das kommt indessen nur vor, wenn die verwendete Hülse nicht sorgfältig angefertigt wurde.

Die Watte saugt die Milch leicht auf, gibt derselben eine grosse Verdunstungsfläche und ist der Trockenrückstand alsdann der fettauflösenden Wirkung des Äthers leicht zugänglich. Die Extraction des Fettes geht rasch und vollkommen vor sich.

Papier und Watte sind absolut fettfrei nicht zu haben (wenn auch die Watte aus bezeichneter Firma einen nur minimalen Gehalt an Fett hat), und man muss deshalb, wenn es auf ganz correcte Ergebnisse ankommt, Papier und Watte oder auch die fertigen Hülsen vor ihrem Gebrauche mit Äther entfetten, was, wenn man einmal dafür eingerichtet ist, keine grosse Schwierigkeiten hat.

Einen wesentlichen Fehler begeht man übrigens nicht, wenn man bei vergleichswisen Bestimmungen, wie es bei Untersuchung von Molkereimilch der Fall ist, den Gehalt von Watte und Papier, bez. für eine Hülse ermittelt und von dem erhaltenen Fettgehalt in Abzug bringt.

Unsere Watte enthält 0,017 Proc. Fett (bez. in Äther lösliche Bestandtheile), unser Papier 0,4 Proc.; bei neuem Bezug wird der Gehalt von Neuem bestimmt, derselbe ist aber selten abweichend. Anderes Papier und andere Watte dagegen können einen erheblich anderen, meist höheren Gehalt haben. Wir haben Watte zur Untersuchung gehabt von 0,3 bis 0,64 Proc. Fettgehalt. Die zu einer Hülse nöthige Papiermenge wiegt etwa 1,5 g, die Watte 2 bis 2,2 g, deren Fettgehalt beträgt demnach 0,006 und 0,0034 g, zusammen 0,0094 g. Im Durchschnitt verwenden wir etwa 18 g Milch. Wollte man den Fettgehalt der Hülse ganz vernachlässigen, so würde der Fehler in einem Plus von 0,05 Proc. Fett für die Milch bestehen. Bringt man (in unserem Falle) regelmässig 0,01 g von der erhaltenen Fettmenge in Abzug, so wird der Fehler ein minimaler, jedenfalls nicht grösser, als andere unvermeidliche Beobachtungsfehler es sind.

Ist das Verfahren zunächst nur für Milchfettbestimmungen bestimmt, so schliesst das nicht aus, dass man nicht gleichzeitig auch den Gehalt an Trockensubstanz bez. Wasser bestimmen kann; man braucht nur die leere Hülse in einem Trockengläschen vorher zu trocknen, zu wägen und dann wie zur Fettbestimmung zu benutzen.

Als Ätherextractions-Apparat benutzen wir den Soxhlet'schen Apparat, der jedoch

eine Abänderung erfahren hat. Bereits vor 6 Jahren liess Obengezeichneter nach seiner Angabe von der Firma Ephraim Greiner in Stutzerbach Apparate anfertigen, bei welchen der Extractionsapparat oben mit dem Kühlrohr, unten mit dem Kölbchen durch eingeschliffene Glasteile verbunden ist, so dass die Verwendung von Korken gänzlich ausgeschlossen ist. Genannte Firma, welche für diese Abänderung des Soxhlet'schen Apparats Patent alsbald nachsuchte und erhielt, fertigt diese Apparate mit eingeschliffenem Kühlrohr und Kölbchen so vorzüglich an, dass die einzelnen Theile, aneinandergesetzt, fest verbunden bleiben ohne alle Unterstützung; zur Sicherung, — man hat es immerhin mit Äther zu thun, — haben wir jedoch noch sich federnde Klammern angebracht, welche das Kölbchen umfassen und so den ganzen Apparat halten. 8 Apparate, nebeneinander aufgestellt, finden ihre gemeinschaftliche Kühlung durch einen schmalen, aber hohen Kühlkasten. Die Apparate sind numerirt, zu jedem derselben gehören 3 für denselben eingeschliffene Kölbchen, sodass derselbe Apparat dicht hinter jeder Extraction von Neuem benutzt werden kann und, wenn ein Kölbchen durch Bruch verloren geht, nicht der ganze Apparat ausser Dienst kommen muss. Apparate und Kölbchen sind also bezeichnet mit 1, 2, 3 . . . , die Kölbchen mit 1a, 1b, 1c, 2a, 2b, 2c u. s. f.

Brennstoffe, Feuerungen.

Rauchverbrennung. Nach W. P. White und R. Wallbank (D.R.P. No. 47 474) wird durch ein über der Feuerbrücke in das Flammrohr mündendes, durch den Dampf- und Wasserraum des Kessels geführtes Rohr durch ein Gebläse Luft von oben in das Flammrohr eingetrieben.

Ch. S. Smith und G. H. Davis (D.R.P. No. 47 306) wollen zur Verbesserung der Verbrennung Abdampf in den Feuerraum leiten. (Beide Vorschläge sind durchaus unpraktisch.)

Das Niederschlagen von Russ aus Rauch wurde nach Versuchen von R. Irvine (J. Ch. Ind. 1889 S. 377) mit einem kleinen Glaskasten wesentlich beschleunigt, wenn zwei gegenüberstehende Eisenplatten mit einer kleinen Dynamomaschine verbunden wurden. Für den Grossbetrieb in Russfa-