

# Die gewichtsanalytische Bestimmung des Milchfettes; von Dr. F. Soxhlet.

Mittheilung aus dem Laboratorium der k. k. landwirthschaftlich-chemischen  
Versuchsstation in Wien.

Mit einer Abbildung.

Von sämmtlichen bisher vorgeschlagenen Methoden der Fettbestimmung in der Milch ist die genaueste und zuverlässigste jene, welche auf der Extraction der unter einem Zusatz eingetrockneten Milch mit Aether und Wägung des Fettes beruht. Die Verschiedenartigkeit in der Ausführung dieser Methode lag in der Anwendung verschiedener Aufsaugungsmittel und in Abänderungen der Extractionsmethode. Was erstere betrifft, so läßt sich nicht sagen, daß diese oder jene der vorgeschlagenen Substanzen wesentliche Vorzüge vor der anderen biete. Bezüglich der angewendeten Extractionsmethode kann hingegen gelten, daß die Benutzung der continuirlich wirkenden Fettextractionsapparate, wie sie in neuerer Zeit vielfach vorgeschlagen wurden, gegenüber der älteren Methode — Ausziehen im Kölbchen oder Extractionsrohr — erhebliche Vortheile an Bequemlichkeit und Aetherersparnis brachte. Immerhin blieb diese Fettbestimmung eine langwierige und viel Zeit in Anspruch nehmende Operation und konnte dieselbe in nicht viel weniger als einem vollen Arbeitstag beendigt werden.

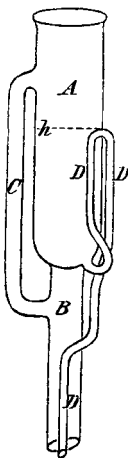
Folgende Art der Ausführung läßt das Untersuchungsergebnis in *weniger als zwei Stunden* erreichen, ohne daß der Genauigkeit und Sicherheit im mindesten durch diese wesentliche Beschleunigung Eintrag geschehen würde. Sie beruht auf der Anwendung *wasserfreien Gypses* zur Austrocknung der Milch und der Benutzung eines eigenthümlichen Fettextractionsapparates. Der wasserfreie Gyps, für diesen oder einen ähnlichen Zweck bisher nicht angewendet, wirkt als Aufsaugungs- und gleichzeitig in Folge seines Vermögens, Krystallwasser aufzunehmen, als *Trockenmittel*; durch die Mitwirkung des letztgenannten Vorganges wird die Darstellung eines fein vertheilten Trockenrückstandes bedeutend beschleunigt. Man verfährt hierbei, wie folgt:

10<sup>cc</sup> Milch, gemessen und gewogen, werden in einer etwa 100<sup>cc</sup> fassenden Porzellanschale mit 20<sup>g</sup> gebrannten Gyps (feinster Modellgyps) innig gemischt und die entstandene feuchte Masse auf das Wasserbad gebracht. Während des Eintrocknens wird dieselbe 2 bis 3 Mal mittels des Spatels zerkrümelt und durchgerührt und nach 20 Minuten langem Verweilen auf dem Wasserbade mit einem glatten Pistill zerrieben. Nach weiteren 10 Minuten langem Trocknen ist sie zu einer für die Extraction geeigneten Trockenheit gebracht. Die Bildung eines Randes oder einer Haut von eingetrockneter Milch, wie solches bei Anwendung anderer Aufsaugungsmittel leicht vorkommt, ist bei dieser Art der Eintrocknung unmöglich und die Vertheilung der Milchtrockensubstanz die gleichmäßigste und für die Extraction günstigste.

Extrahirt man den auf die beschriebene oder eine andere Art hergestellten Milchtrockenrückstand nach den bisher üblichen Extractionsmethoden mit Aether und überzeugt man sich, von der vollständigen Erschöpfung der Substanz dadurch, daß erneuerte Extraktionen bezieh. erneuertes längeres Inganghalten eines continüirlich wirkenden Extractionsapparates das Gewicht des Fettkölbchens nicht mehr vermehren, so findet man, daß die vollständige Lösung des Fettes nicht so rasch beendet ist, als die gewöhnlich empfohlenen Proben — Verdunstenlassen einiger Tropfen abfließenden Aethers auf dem Uhrglase (Rückstand) oder auf Papier (Fettfleck) — anzeigen. So dauert beispielsweise die Extraction bis zur vollständigen Erschöpfung der Substanz bei Anwendung des sehr verbreiteten *Zulkowsky'schen* Apparates (\*1873 208 298) in der Regel 10 Stunden. Die lange Dauer des Auswaschungsprocesses bei Benutzung dieses oder eines ähnlichen Apparates hat darin ihren Grund, daß der genannte Apparat ebenso wie alle anderen selbstthätig wirkenden Extractionsapparate, die in neuerer Zeit empfohlen wurden, nach dem sonst verpönten Princip des ununterbrochenen Auswaschens arbeiten. Aus dem Rückfluschkühler tröpfelt Aether auf die Substanz, unten tröpfelt fetthaltiger Aether ab, der neu hinzu kommende Aether verdünnt nur, ohne die Substanz zu überschichten, die Fettlösung, kurz die Wirkungsweise dieser Apparate ist mit allen jenen

Mängeln behaftet, welche der continuirlichen Auswaschungsmethode eigen sind und derentwegen diese aus der Reihe der analytischen Operationen verdrängt wurde. Ebenso wie ein Niederschlag auf dem Filter regelrecht nur dann ausgewaschen wird, wenn derselbe mit Waschflüssigkeit überschichtet wird und die Erneuerung derselben erst stattfindet, nachdem die vorher aufgegonnene Flüssigkeit abgelaufen oder abgesaugt war, ebenso sollten die automatisch wirkenden Extractionsapparate arbeiten. Die Aufgabe, einen continuirlich wirkenden Fettextractionsapparat in einen solchen umzuwandeln, der selbstthätig die Substanz nach dem Princip der regelrechten Auswaschung erschöpft, hat in hiesigem Laboratorium Hr. *Szombathy* in sehr sinnreicher und einfacher Weise durch Anwendung einer Hebevorrichtung gelöst, welche die Aetherfettlösung, nachdem sie im Extractionsrohr eine gewisse Höhe erreicht hat, absaugt. Durch einige von mir angestellte Vorversuche wurden die geeignetsten Größenverhältnisse der einzelnen Theile und die Bedingungen für die richtige Wirkung desselben ermittelt. Construction und Wirkungsweise des Apparates ist nach nachstehender Skizze leicht verständlich.

*A* ist ein geschlossener 35mm weiter, 150mm hoher Glascylinder, an dessen Boden das 13 bis 15mm weite, 105mm lange Rohr *B* angelöthet ist. *A* und *B* sind durch das 8 bis 9mm weite Rohr *C* verbunden. Der aus einer dickwandigen, aber nur 2 bis 3mm im lichten weiten Röhre gefertigte Heber *D* ist an der tiefsten Stelle am Boden von *A* angelöthet, biegt sich an der Außenwand von *A* nach aufwärts und geht immer der äußeren Cylinderwand anliegend nach abwärts und durch *B* hindurch.



Das Rohr *B* wird mittels eines Korkes mit einem etwa 100cc fassenden weithalsigen Kölbchen, *A* mit einem Rückflusskühler verbunden. Die zu extrahirende Substanz füllt man in eine cylindrische Hülse von Filtrirpapier, welche folgendermaßen angefertigt wird: Man rollt um ein cylindrisches Holzstück, dessen Durchmesser 4mm geringer als die Weite des Extractionscylinders ist, ein Stück Filtrirpapier zweimal herum, läßt über die ebene Basis des Holzcyllinders ein dem Durchmesser desselben entsprechendes Stück der gebildeten Rolle hervorstehen, biegt dieses, wie man ein Paket schließt, um und ebnet den gebildeten Boden der Hülse durch kräftiges Aufdrücken. Der Aether filtrirt durch eine solche Papierhülse so klar wie durch ein gewöhnliches Filter. Eine Baumwollunterlage ist ganz überflüssig. Nach dem Einfüllen der Gypsmasse legt man etwas Baumwolle in die Hülse oben auf, um ein Herausschleppen des Pulvers durch die einfallenden Aethertropfen zu verhindern. Damit die Heberöffnung am Boden durch die Hülse nicht verschlossen werde, stellt man letztere auf einen Ring, welchen man aus einem 3 bis 4mm breiten Blechstreifen sich gebogen hat. Der obere Rand der Hülse muß wenigstens 3mm unter dem höchsten Punkt der Heberkrümmung liegen, sonst hält der Filterrand Fett zurück. Des weiteren ist notwendig zu beachten, daß die Hülse nicht mit Baumwolle vollgefüllt werde, und daß der aus dem Kühler fließende Aether immer in die Hülse eintropfe. Man verbindet schließlichs das gewogene weithalsige Kölbchen mit dem Apparat, nachdem

man in dasselbe etwa 25<sup>cc</sup> wasserfreien Aether und in den Extractionscyliner so viel von demselben eingegossen hat, daß derselbe durch den Heber überfließt, und stellt letzteres in Wasser, welches auf 65 bis 75<sup>o</sup> erhalten wird. (Ich bediene mich der ausgezeichnet wirkenden Thermoregulatoren von *Andrae* 1 und erhalte das Wasser auf 70 bis 72<sup>o</sup>.) Der Aether destillirt nun durch *B* und *C* nach *A*, sammelt sich daselbst, indem er die Substanz durchtränkt und überschichtet; sobald das Niveau des überdestillirten Aethers die höchste Stelle *h* der Heberkrümmung etwas überschritten, fängt der Heber an zu wirken und saugt die Aetherfettlösung zuerst in vollem, dann in durch Luftblasen unterbrochenem Strahle ab. Das Aufwärtsdestilliren wird hierdurch nicht unterbrochen; doch filtrirt die in der Hülse sich neuerdings sammelnde Aethermenge, der Heberwirkung entsprechend, nicht rasch genug nach; in Folge dessen entleert sich der Heber und es erfolgt eine abermalige Ansammlung von Aether bis zur Höhe *h*.

Der im Cylinder gesammelte Aether hat, wie ich mich überzeugte, *genau die Siedetemperatur*, nämlich 34,5<sup>o</sup>, und wird sonach die Substanz *immer durch siedend warmen Aether extrahirt*. Hat das Wasserbad 70<sup>o</sup>, so wiederholt sich der Proceß des Hinaufdestillirens und Abfließens durch den Heber in 20 bis 25 Minuten zehn Mal. Nach Beendigung der Extraction treibt man noch einmal den Aether in den Extractionscyliner und schaltet, um die Hauptmenge des Aethers wieder zu gewinnen, kurz vor der Wirkung des Hebers ein neues Kölbchen ein. Nachdem man die geringe Aethermenge im Kölbchen verjagt, oder durch nochmaliges Aufwärtsdestilliren wieder gewonnen hat, trocknet man 15 Minuten lang bei 100 bis 110, läßt 10 Minuten im Exsiccator und ebenso lang offen bei der Wage erkalten und wiegt.

Hat man wasserfreien Aether verwendet, so ist ein 15 Minuten langes Trocknen mehr als hinreichend; ein längeres Erkaltenlassen im Wagekasten, als wie angegeben, hat eine Aenderung des Gewichtes nur um Bruchtheile eines Milligrammes zur Folge, was den Fett-Procentsgehalt der Milch erst in den Tausendstelprocenten beeinflusst. Ein zehnmaliges Auswaschen mittels des beschriebenen Apparates genügt, um den mit gebranntem Gyps hergestellten Milchtrockenrückstand zu entfetten, wie die folgenden Versuche, welche mit vollkommenem wasser- und alkoholfreiem Aether<sup>2</sup> und bei einer Temperatur des Wasserbades von 70<sup>o</sup> angestellt wurden, zeigen:

cc	g	Min.	g	Proc.
a) 10 unabgerahmte frische Milch	10,302	extrahirt 10 Mal in 22	= 0,3522 Fett	= 3,419
		noch 12 " "	= 0,0007	= 0,007
b) 10 von derselben Milch	10,307	extrahirt 10 " "	= 0,3520	= 3,415
		noch 12 " "	= 0,0010	= 0,010
a) 10 mit Rahm gemischte Milch	10,332	extrahirt 10 " "	= 0,5322	= 5,151
		noch 12 " "	= 0,0008	= 0,009
b) 10 von derselben Flüssigkeit	10,329	extrahirt 10 " "	= 0,5318	= 5,148
		noch 12 " "	= 0,0011	= 0,011
a) 10 Magermilch	10,340	extrahirt 10 " "	= 0,1280	= 1,238
		noch 12 " "	= 0,0003	= 0,003
b) 10 von derselben Milch	10,337	extrahirt 10 " "	= 0,1284	= 1,242
		noch 12 " "	= 0,0005	= 0,005

Für alle Fälle genügt die Extractionsdauer von 1/2 Stunde, wenn das Erwärmungswasser 70<sup>o</sup> oder etwas darüber hat; während dieser Zeit wird die Substanz 12 bis 14 Mal mit siedend warmem Aether regelrecht ausgewaschen. — Anstatt die Milch zu messen und zu wiegen, genügt es, dieselbe nur zu messen und zwar mit einer Pipette, welche auch am Ablaufrohr eine Marke hat und für die man das Gewicht der ausfließenden Milch ein für alle Mal

<sup>1</sup> *Annalen der Physik*, 1878 Bd. 4 S. 614.

<sup>2</sup> Absoluten Aether erhält man, wenn man käuflichen Aether mit Wasser ausschüttelt, über Aetzkalk stehen läßt, abdestillirt, das Destillat einen Tag lang am Rückfluschkühler mit Natrium bis zum Aufhören der Gasentwicklung kocht und abdestillirt.

bestimmt hat; die geringe Verschiedenheit im specifischen Gewicht der Milch kann dann vernachlässigt werden, da drei Einheiten in der 3. Decimalstelle beim specifischen Gewicht bei der Berechnung des procentischen Fettgehaltes diesen erst um 0,01 Proc. verrücken.

Der beschriebene **Extractionsapparat** eignet sich selbstverständlich für alle ähnlichen analytischen Operationen und präparativen Zwecke. Man kann mittels desselben in 11 Stunden eine Substanz 300 Mal mit siedendem Aether regelrecht erschöpfen; während dieser Zeit wird dieselbe, wenn bei jeder Auswaschung etwa 25 bis 30<sup>cc</sup> Aether ablaufen, bei einem thatsächlichen Aufwand von etwa 80<sup>cc</sup>, mit 7,5 bis 9<sup>l</sup> siedendem Aether ausgewaschen, wobei immer nur 25 bis 30<sup>cc</sup> Aether aufgegossen werden, wenn die vorher aufgegossene Menge abgeflossen war.<sup>3</sup>