

**Butyrometrische Bestimmung des Fettgehaltes von
Milch und Milchprodukten**Teil 1: Allgemeine Anleitung für die Anwendung butyrometrischer Verfahren
und technische Lieferbedingungen für Amylalkohol**DIN****10479-1**

ICS 67.100.01

Ersatz für DIN 10330 : 1977-06

Butyrometric determination of fat content of milk and milk products –
Part 1: General guidance on the use of butyrometric methods and
technical specification for amylalcohol

Détermination butyrométrique du lait et produits laitiers – Partie 1:
Directives générales pour l'utilisation des méthodes butyrométriques et
conditions de livraison pour l'alcool amylique

Vorwort

Diese Norm wurde vom Normenausschuss Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte, Arbeitsausschuss „Chemische und physikalische Milchuntersuchung“ auf der Grundlage des internationalen Norm-Entwurfs ISO/DIS 11870 : 1997 „Milk and milk products – Determination of fat content – General guidance on the use of butyrometric methods“ unter Einbeziehung von DIN 10330 erarbeitet.

Der Arbeitsausschuss „Chemische und physikalische Milchuntersuchung“ hat 1998 entgegen der ursprünglichen Planung beschlossen, auf die unveränderte Übernahme des internationalen Referenzdokumentes als DIN-ISO-Norm zu verzichten und stattdessen hierzu eine DIN-Norm zu erarbeiten.

DIN 10479 „Butyrometrische Bestimmung des Fettgehaltes von Milch und Milchprodukten“ besteht aus:

- Teil 1: Allgemeine Anleitung für die Anwendung butyrometrischer Verfahren und technische Lieferbedingungen für Amylalkohol

Eine Norm über produktspezifische Anforderungen ist in Vorbereitung.

Es ist vorgesehen, die Normen DIN 10310 und DIN 10315 durch die zwei genannten Normen dieser Reihe zu ersetzen.

Änderungen

Gegenüber DIN 10330: 1977-06 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) Die Norm wurde entsprechend den derzeit gültigen Gestaltungsregeln redaktionell überarbeitet und als normativer Anhang in die vorliegende Norm aufgenommen.
- b) Die Bezeichnung des Amylalkohols wurde der neuen Normnummer angepasst.
- c) Titel der Norm wurde geändert.

Frühere Ausgaben

DIN 10330: 1977-06

Fortsetzung Seite 2 bis 7

Normenausschuss Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL) im DIN Deutsches Institut für Normung e.V.

Einleitung

Während Referenzverfahren zur Bestimmung des Fettgehaltes von Milch und Milchprodukten zeitintensiv sind und einige Erfahrungen voraussetzen, wenn zuverlässige Ergebnisse erzielt werden sollen, sind butyrometrische Verfahren einfacher durchführbar und ermöglichen eine schnelle Bestimmung des Fettgehaltes in den verschiedensten Milchprodukten. Mit dem Gerber-Verfahren für Milch und dem van-Gulik-Verfahren für Käse wurden bisher nur zwei butyrometrische Verfahren zur Bestimmung des Fettgehaltes international genormt. Ebenso existieren Normen hinsichtlich der dafür erforderlichen Geräte (siehe Literaturhinweise).

Darüber hinaus gibt es jedoch weitere butyrometrische Verfahren und Butyrometer, die in verschiedenen Ländern angewandt werden, jedoch nicht genormt wurden.

Während es für eine bestimmte Produktart jeweils nur ein Referenzverfahren gibt, ist dies bei den butyrometrischen Verfahren nicht der Fall. Hier können in einem Land für eine bestimmte Produktart durchaus auch mehrere butyrometrische Verfahren vorliegen. Zu dieser Problematik kommt hinzu, dass die genormten Verfahren für Produkte eingesetzt werden, die im Anwendungsbereich der Norm gar nicht vorgesehen sind. Um den gesamten Produktbereich mit genormten butyrometrischen Verfahren abzudecken, hätte dies eine immer größere Anzahl von Normen zur Folge. Auf internationaler Ebene wurde daher entschieden, eine allgemeine Anleitung für die Durchführung butyrometrischer Verfahren unter Beibehaltung der vorhandenen Normen zu erarbeiten, die der vorliegenden Norm zugrunde liegt.

1 Anwendungsbereich

Diese Norm stellt allgemeine Grundsätze zur Erweiterung der vorhandenen genormten butyrometrischen Verfahren zur Fettbestimmung für verschiedene Milchprodukte auf und legt das grundlegende Prinzip für alle butyrometrischen Untersuchungen sowie die wichtigsten Anforderungen an die Durchführung fest. Darüber hinaus gibt diese Norm Hinweise zur Validierung butyrometrischer Verfahren anhand der einschlägigen Referenzverfahren. Im Anhang A werden die technischen Lieferbedingungen für Amylalkohol festgelegt.

2 Normative Verweisungen

Diese Norm enthält durch datierte oder undatierte Verweisungen Festlegungen aus anderen Publikationen. Diese normativen Verweisungen sind an den jeweiligen Stellen im Text zitiert, und die Publikationen sind nachstehend aufgeführt. Bei datierten Verweisungen gehören spätere Änderungen oder Überarbeitungen dieser Publikationen nur zu dieser Norm, falls sie durch Änderung oder Überarbeitung eingearbeitet sind. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe der in Bezug genommenen Publikation.

DIN EN ISO 707

Milch und Milchprodukte – Leitfaden zur Probenahme (ISO 707 : 1997); Deutsche Fassung EN ISO 707 : 1997

ISO 2446

Milk – Determination of fat content (Routine method)

ISO 3433

Cheese – Determination of fat content (Van Gulik method)

3 Vorhandene genormte acid-butyrometrische Verfahren

Das Gerber-Verfahren ist in ISO 2446 festgelegt. Das Van Gulik-Verfahren ist in ISO 3433 festgelegt.

4 Kurzbeschreibung

Allen butyrometrischen Verfahren liegt unabhängig vom zu untersuchenden Produkt das folgende gleichbleibende Prinzip zugrunde:

- Auflösung der Proteine und damit der Fettkügelchenmembran.
- Trennung des Fettes vom Produkt durch Zentrifugieren im Butyrometer. Die Trennung wird durch Zugabe einer kleinen Menge Amylalkohol oder eines geeigneten Austauschstoffes gefördert.
- Direktes Ablesen der Fettwerte als Massenanteile in Prozent an der Skale des Butyrometers ohne, gegebenenfalls auch mit Korrektur.

5 Reagenzien

5.1 Allgemeines

Falls nicht anders festgelegt, dürfen nur Reagenzien von anerkannter Analysenreinheit und destilliertes oder entmineralisiertes Wasser oder Wasser gleichwertiger Qualität verwendet werden.

5.2 Schwefelsäure, rein, farblos oder hell bernsteinfarben, frei von Verunreinigungen.

5.2.1 Schwefelsäure, ρ_{20} (H_2SO_4) = $(1,818 \pm 0,003) \text{ g/ml}^{1)}$

Sie wird verwendet bei Milch und bei Produkten mit ähnlich hohem Wassergehalt bzw. bei Produkten, die auf einen entsprechenden Wassergehalt gebracht werden (z. B. Kondensmilch, Rahm beim Verfahren nach Schulz und Kley (siehe DIN 10332) bzw. nach Köhler).

Höhere und geringere Säurekonzentrationen sind zu vermeiden. Höher konzentrierte Schwefelsäure greift bei 65°C den Amylalkohol an und bildet unter Wasserabspaltung Olefine, die das Ergebnis beeinflussen. Geringere Konzentrationen erniedrigen die Oxidationswirkung, die Zerstörung der Fettkügelchenmembran ist aber möglicherweise unvollständig, und es kann zu Klumpenbildung kommen.

5.2.2 Schwefelsäure, ρ_{20} (H_2SO_4) = $(1,522 \pm 0,005) \text{ g/ml}^{1)}$

Sie wird verwendet bei Käse und bei Produkten mit einem im Vergleich zu Milch niedrigen Wassergehalt (Rahm beim Verfahren nach Roeder (siehe DIN 10329)).

5.3 Amylalkohol nach Anhang A

Es dürfen auch Austauschstoffe verwendet werden, sofern sichergestellt ist, dass diese zu gleichen Prüfergebnissen führen wie Amylalkohol.

6 Geräte

Die übliche Laborausrüstung und im Besonderen die Geräte nach 6.1 bis 6.5.

6.1 Butyrometer und Butyrometerstopfen, geeignet für das angewandte Verfahren.

Butyrometer und Butyrometerstopfen müssen einwandfrei gereinigt sein und dürfen keine Fettrückstände aufweisen.

6.2 Dosiergeräte für Säure und Amylalkohol, mit denen die erforderlichen Volumina genau und mit ausreichender Wiederholpräzision dosiert werden können.

6.3 Zentrifuge, geeignet für Butyrometer, mit einem Geschwindigkeitsanzeiger, der die Drehzahl auf $\pm 70 \text{ min}^{-1}$ anzeigen kann.

Ein Zentrifugentyp mit senkrechter Beschickung ist einem Typ mit horizontaler Beschickung vorzuziehen. Die Zentrifuge sollte in der Lage sein, nach dem Zentrifugieren eine Temperatur des Butyrometerinhalts von 30°C bis 50°C aufrechtzuerhalten.

ANMERKUNG 1 Es sollte eine beheizte Zentrifuge verwendet werden.

Die beschickte Zentrifuge sollte in der Lage sein, innerhalb von 2 min eine relative Zentrifugalbeschleunigung von $(350 \pm 50)g$ am äußeren Ende des Butyrometerstopfens zu erreichen. Diese Beschleunigung entsteht in Zentrifugen mit einem effektiven Radius (horizontaler Abstand zwischen dem Zentrum des Zentrifugenrotors und dem äußeren Ende des Butyrometerstopfens) nach Tabelle 1 bei den jeweils angegebenen Drehzahlen.

Tabelle 1

Effektiver Radius R mm	Drehzahl N $\text{min}^{-1} \pm 70$
240	1140
245	1130
250	1120
255	1110
260	1100
265	1090
270	1080
275	1070
300	1020
325	980

¹⁾ ρ_{20} ist die Dichte bei 20°C.