

DGF-Einheitsmethoden	Abteilung K – Fettreiche Lebensmittel
Ersetzt K-I 2a (84)	K-I 2a (23)

Fettgehalt in Streichfetten Gravimetrische Bestimmung

1 Zweck und Anwendungsbereich

Diese DGF-Einheitsmethode beschreibt ein Verfahren zur Bestimmung des Fettgehaltes in Streichfetten.

Diese Methode ist anwendbar auf Butter, Margarine und Mischfette sowie Streichfette mit geringeren Fettgehalten.

Die Methode L 13.05-3 *Bestimmung des Fettgehaltes in Margarine und anderen Streichfetten* der amtlichen Sammlung von Untersuchungsverfahren nach § 64 LFGB basiert auf dieser DGF-Standardmethode und liefert vergleichbare Ergebnisse.

Die Methode liefert vergleichbare Ergebnisse wie die Methode DIN EN ISO 17189 *Butter, Butterfett-emulsionen und Streichfette – Bestimmung des Fettgehaltes* (Referenzverfahren; ISO 17189:2003).

2 Definition

Als Fettgehalt eines Streichfettes bezeichnet man den nach dieser Methode extrahierbaren Anteil. Er wird in Gramm pro 100 Gramm Probe angegeben.

3 Prinzip der Methode

Der Fettanteil wird aus der Probe mit Petrolether extrahiert, wobei gleichzeitig der Hauptanteil des Wassers an Natriumsulfat gebunden wird. Durch Trocknung werden Lösungsmittelreste und restliches Wasser entfernt und der Fettgehalt durch Wägen bestimmt.

4 Reagenzien

Warnung: Auf die Bestimmungen, die den Umgang mit gefährlichen Stoffen regeln, wird hingewiesen. Technische, organisatorische und persönliche Schutzmaßnahmen sind zu beachten.

Soweit nicht anders angegeben

- sind analysenreine Reagenzien zu verwenden;
- muss Wasser entweder destilliert oder von entsprechender Reinheit sein;
- ist unter Lösung eine wässrige Lösung zu verstehen.

- 4.1 Natriumsulfat wasserfrei, zur Analyse;
- 4.2 Petrolether, Siedebereich 40 bis 60 °C, zur Analyse;
- 4.3 Siedesteine;
- 4.4 Stickstoff, reinst, Reinheit > 99,0 %;
- 4.5 Watte, chemisch rein und fettfrei (z.B. Augenwatte nach Hartmann).

5 Geräte

- 5.1 Kombiniertes Destillations-Extraktions-Aufsatz (Abb. 1) mit Kühler; oder Extraktionsaufsatz nach Soxhlet mit Kühler oder vergleichbare automatisierte Extraktionseinheiten;

DGF-Einheitmethoden	Abteilung K – Fettreiche Lebensmittel
Seite 3/9	K-I 2a (23)

Anm.: Mit Extraktionsverfahren nach Twisselmann oder Randall werden vergleichbare Ergebnisse erzielt. Bei Verwendung von modernen Extraktionseinheiten sind die besonderen Bedingungen entsprechend den Herstellerangaben zu beachten.

- 5.2 Rotationsverdampfer;
- 5.3 Analysenwaage zur Einwaage auf 1 mg geeignet, mit einer Ablesbarkeit von 0,1 mg;
- 5.4 Erlenmeyerkolben, 300 mL Inhalt, NS 29 (für Arbeitsweise mit Destillations-Extraktionsaufsatz) oder Rundkolben, 250 mL Inhalt, NS 29 (für Arbeitsweise mit Extraktionsaufsatz nach Soxhlet) oder Extraktion Gefäße passend zur jeweiligen Extraktionseinheit;
- 5.5 Mörser mit Pistill, oder Glasstab, einseitig abgeplattet, Länge 10–12 cm;
- 5.6 Extraktionshülsen aus Cellulose (z. B. Schleicher + Schüll Nr. 603, 30 x 100 mm);
- 5.7 Trockenschrank, auf 103 °C ± 2 °C einstellbar, vorzugsweise mit Umluft-Funktion.

6 Probe

6.1 Probenahme

Die Probenahme ist nicht Bestandteil dieser Methode. Ein empfohlenes Probenahmeverfahren ist in den DGF-Einheitmethoden C-I1 bis C-I5 angegeben.

6.2 Vorbereitung der Endprobe

Zur Untersuchung werden aus den vorliegenden Gebinden (Becher, Stangen, Würfel, Eimer u. a.) Proben entnommen, wobei darauf zu achten ist, dass die äußere Schicht durch Auskanten oder Ausölen für das Muster nicht repräsentativ und daher bei der Probenvorbereitung zu entfernen ist. Zu diesem Zweck kann

mit einem Butterbohrer (Querschnitt etwa 1,5 cm) ein möglichst langer Bohrling aus der Fettprobe gezogen werden. Die Enden des Bohrlings sind so weit wie möglich zu verwerfen (bzw. bei Gebinden mit großem Durchmesser nur das obere Ende). Zur Einwaage ist nur das Mittelstück (bzw. das untere Endstück) zu verwenden. Sollte es ausnahmsweise nötig sein, aus mehreren Einzelproben eine Mischprobe herzustellen und daraus die Endprobe zu entnehmen, so werden diese durch gründliches Vermischen bei vorzugsweise 18 bis 24 °C homogenisiert.

Anm.: Die Mischtemperatur darf auf keinen Fall 35 °C überschreiten. Auf die Gefahr, dass die stabile und homogene Margarine-Emulsion dabei zerstört werden kann, wird aufmerksam gemacht.

7 Verfahren

7.1 Extraktion

- 7.1.1 Einen Erlenmeyerkolben, einen Rundkolben oder ein Extraktionsgefäß verwenden, je nachdem, ob der kombinierte Destillations-Extraktionsaufsatz, der Soxhlet-Apparat mit Rotationsverdampfer oder eine automatisierte Extraktionseinheit verwendet wird. In die Kolben bzw. das Gefäß zwei Siedesteinchen geben, 60 min lang bei 103 °C ± 2 °C trocknen und nach Abkühlen bei Raumtemperatur auf 1 mg genau wiegen.
- 7.1.2 In eine Extraktionshülse ca. 15 g Natriumsulfat einfüllen.
- 7.1.3 Ca. 1–3 g der Streichfettprobe auf 1 mg genau in die Extraktionshülse direkt einwiegen. Den Inhalt mit dem Glasstab solange verreiben, bis das Natriumsulfat das Wasser aus der Probe aufgenommen hat und die Masse nicht mehr fettig glänzt. Den Glasstab mit in Petrolether getränkter Watte sorgfältig abwischen, die Watte mit in die Hülse geben.

Anm. 1: Die Einwaage richtet sich nach dem zu erwartenden Fettgehalt. Die Fettauswaage sollte zwischen 0,5 g und 1,5 g liegen.

DGF-Einheitmethoden	Abteilung K – Fettreiche Lebensmittel
Seite 5/9	K-I 2a (23)

Anm. 2: Alternativ hat sich folgende Arbeitsweise für Proben mit hohem Wassergehalt bewährt:

In einen Mörser mit Glasstab etwa 25 g Natriumsulfat einwiegen. Auf ein Uhrglas ca. 5 g Natriumsulfat und anschließend die Probe einwiegen. Den Inhalt des Uhrglases in den Mörser überführen und mit etwas Natriumsulfat bedecken (ggf. einen Spatel Seesand dazugeben). Darauf achten, dass das Gesamtgewicht (Probe + Natriumsulfat) 40 g nicht übersteigt. Den Mörserinhalt mit dem Glasstab solange verreiben, bis das Natriumsulfat das Wasser aus der Probe aufgenommen hat und die Masse nicht mehr fettig glänzt. Inhalt des Mörsers quantitativ in eine Extraktionshülse überführen. Den Mörser, den Glasstab und das Uhrglas mit Petrolether getränkter Watte sorgfältig auswischen, die Watte mit in die Hülse geben.

- 7.1.4 Die Extraktionshülse mit der Probe in den Extraktionsaufsatz bringen, in den Erlenmeyerkolben, den Rundkolben oder das Extraktionsgefäß die benötigte Menge Petrolether füllen und 3 Std. lang mit Petrolether extrahieren. Dabei eine Destillationsgeschwindigkeit von 4 bis 5 mL/min einhalten.

Anm.: Bei Verwendung einer automatisierten Extraktionseinheit werden ca. 90 mL Petrolether zur Extraktion benötigt. Die Extraktionszeit kann in modernen Extraktionseinheiten erheblich kürzer sein, insbesondere wenn eine Heißextraktionsphase nach Randall vorgeschaltet wird.

- 7.1.5 Nach Beendigung der Extraktion den kombinierten Destillations-Extraktionsaufsatz umschalten bzw. den Rundkolben an den Rotationsverdampfer hängen und den Petrolether abdestillieren.

Anm.: Bei Anwendung eines Rotationsverdampfers ist darauf zu achten, dass der Kernschliff nicht gefettet ist.

7.2 Trocknung und Wägung

- 7.2.1 Ggf. Lösungsmittelreste mit Stickstoff abblasen und den Kolben bis maximal 2 Std. lang in den Trockenschrank legen und bei $103\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$ trocknen.

Extraktionsgefäß bei Verwendung einer automatisierten Extraktionseinheit 1 Std. in den Trockenschrank je nach Bauform der Extraktionsgefäße stellen oder legen und bei $103\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$ trocknen.

Anm.: Die Umluftfunktion des Trockenschanks kann die Trocknungszeit verringern und die Oxidation während der Trocknung vermindern. Ist ein Hinlegen der Gefäße im Trockenschrank möglich und bestehen die Gefäße aus Metall, sind auch niedrigere Trocknungszeiten möglich.

- 7.2.2 Den Kolben oder das Extraktionsglas nach Abkühlen auf Raumtemperatur (vor Staub geschützt) auf 1 mg genau wägen.

- 7.2.3 Den Vorgang mit jeweils halbstündiger Trocknungszeit bis zum Erreichen der Massenkonstanz (Massenänderung von m_2 nicht mehr als 1 mg) wiederholen. Eine Massenzunahme bleibt unberücksichtigt; der Berechnung auf jeden Fall den niedrigsten erhaltenen Auswaagewert zugrunde legen.

Anm.: Trocknung und Wägung müssen unmittelbar aufeinander folgend ausgeführt werden.

DGF-Einheitmethoden	Abteilung K – Fettreiche Lebensmittel
Seite 7/9	K-I 2a (23)

8 Ergebnis der Bestimmung

8.1 Berechnung

Der Fettgehalt w^* in g/100g der Probe wird nach folgender Formel berechnet:

$$w = \frac{(m_2 - m_1)}{m} * 100$$

Hierin bedeuten:

m_2 Masse des Kolbens/Extraktionsglases mit Siedesteinen und Extraktionsrückstand in Gramm;

m_1 Masse des Kolbens/Extraktionsgefäßes mit Siedesteinen in Gramm;

m Einwaage der Probe in Gramm.

Das Ergebnis ist mit einer Nachkommastelle in g/100g anzugeben.

8.2 Genauigkeit (Präzision) der Methode

Aus der bisherigen Praxis haben sich die folgenden Werte ergeben.

8.3 Wiederholgrenze (r)

Die Wiederholgrenze (r) ist derjenige Wert, kleiner oder gleich dem die absolute Differenz zwischen zwei Prüfergebnissen mit einer Wahrscheinlichkeit von 95% unter Wiederholbedingungen erwartet werden kann.

Die Wiederholbedingungen beinhalten, dass die voneinander unabhängigen Prüfergebnisse mit demselben Verfahren an identischem Prüfmaterial im selben Laboratorium (derselbe Bearbeiter, dieselben Geräte, innerhalb kurzer Zeitabstände) ermittelt werden.

* w = Massenanteil

Abteilung K – Fettreiche Lebensmittel	DGF-Einheitsmethoden
K-I 2a (23)	Seite 8/9

Zwei am selben Tag, im gleichen Laboratorium, mit demselben Bearbeiter und denselben Geräten, an derselben Probe nacheinander ausgeführte Bestimmungen dürfen um nicht mehr als 0,19 g/100 g bei Margarine sowie 0,6 g/100 g bei Halbfettmargarine voneinander abweichen.

8.4 Vergleichsgrenze (*R*)

Die Vergleichsgrenze (*R*) ist derjenige Wert, kleiner oder gleich dem die absolute Differenz zwischen zwei Analyseergebnissen mit einer Wahrscheinlichkeit von 95 % unter Vergleichbedingungen erwartet werden kann.

Die Vergleichbedingungen beinhalten, dass die voneinander unabhängigen Prüfergebnisse mit demselben Verfahren an identischem Prüfmaterial in verschiedenen Laboratorien (verschiedene Bearbeiter, verschiedene Geräte, innerhalb kurzer Zeitabstände) ermittelt werden.

Zwei in verschiedenen Laboratorien mit der gleichen Probe ausgeführte Bestimmungen dürfen um nicht mehr als 0,36 g/100 g bei Margarine und 0,8 g/100 g bei Halbfettmargarine voneinander abweichen.

9 Analysenbericht

Das Ergebnis der Bestimmung ist unter Hinweis auf diese Methode anzugeben. Ferner sind alle Angaben zur Identifizierung der Probe, gegebenenfalls alle Sonderbehandlungen, alle Arbeitsschritte, die nicht in der Methode erwähnt sind, im Protokoll aufzuführen. Besondere Behandlungen der Endprobe, z. B. Filtrieren, Aufschmelzen etc., sind zu erwähnen.

DGF-Einheitmethoden	Abteilung K – Fettreiche Lebensmittel
Seite 9/9	K-I 2a (23)

10 Literatur

- [1] L 13.05-3:05-2002 *Bestimmung des Fettgehaltes in Margarine und anderen Streichfetten* der amtlichen Sammlung von Untersuchungsverfahren nach § 64 LFGB, Beuth Verlag, Berlin
- [2] DIN EN ISO 17189:2003 *Butter, Butterfetteemulsionen und Streichfette – Bestimmung des Fettgehaltes* (Referenzverfahren)

11 Änderungen

In der überarbeiteten Fassung wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) Die Verwendung moderner Extraktionssysteme wurde beschrieben.
- b) Die Verwendung eines Glasfiltertiegels wurde gestrichen.
- c) Der Einsatz eines Umluftofens wurde empfohlen.
- d) Die Methode wurde redaktionell überarbeitet.

DGF Standard Methods	Section K – Fatty Food
Page 1/8	K-I 2a (23)

Fat Content in Spreadable Fats Gravimetric determination

1 Scope and field of application

This DGF standard method specifies a procedure for the determination of fat in spreadable fats.

The method is applicable to butter, margarine, dairy and blended spreads and spreadable fats with lower fat content.

The method L 13.05-3 *Bestimmung des Fettgehaltes in Margarine und anderen Streichfetten* from the “Official collection of analytical methods according to § 64 LFGB” is based on this DGF standard and produces similar results.

This standard also produces similar results as the international standard DIN EN ISO 17189 *Butter, edible oil emulsions and spreadable fats – Determination of the fat content* (reference method) (ISO 17189:2003).

2 Definition

The fat content of a spreadable fat is defined as the amount of fat that is extracted with this method. The quantity is quoted in grams per 100 grams.

3 Principle of the method

The fat content of a sample is extracted using petroleum ether, while the bulk amount of water is bound with sodium sulfate. Residues of solvent and water are removed by drying and the fat content is determined by weighing.

4 Reagents

WARNING: Attention is drawn to the regulations which specify the handling of hazardous substances. Technical, organizational and personal safety measures shall be followed.

Unless otherwise stated

- analytically pure reagents shall be used;
- water shall be either distilled or of corresponding purity;
- a solution is understood to be an aqueous solution.

4.1 Sodium sulfate, anhydrous, for analysis;

4.2 Petroleum ether, b.p. 40 to 60 °C, for analysis;

4.3 Boiling chips;

4.4 Nitrogen, pure grade, purity > 99,0 %;

4.5 cotton wool, free from matter soluble in light petroleum.

5 Apparatus

5.1 Combined distillation-extraction device with cooler or extraction device like Soxhlet with cooler or comparable automated extraction unit;

Note: straight-through extractors according to Twisselmann or Randall give similar results. When using modern extraction equipment special conditions according to manufacturer's advice should be followed.

DGF Standard Methods	Section K – Fatty Food
Page 3/8	K-I 2a (23)

- 5.2 Rotary evaporator;
- 5.3 Analytical balance, readability 0,1 mg, weighing precision 1 mg;
- 5.4 Erlenmeyer flask, 300 mL capacity, standard ground joint (NS 29) (for distillation-extraction device) or round bottom flask, 250 mL capacity (NS 29, for Soxhlet extraction device) or extraction vessels suitable for the given extraction unit;
- 5.5 Mortar with pestle or glas rod, flattened on one side, length 10–12 cm;
- 5.6 Extracion thimble (cellulose), 30 x 300 mm;
- 5.7 Electically heated oven, capable of maintaining $(103 \pm 2)^\circ\text{C}$, preferable with circulating air function.

6 Sample

6.1 Sampling

Sampling is not part of this method. A recommended sampling method is given in DGF standard methods C-I1 to C-I5.

6.2 Preparation of the test sample

Samples are taken from the containers (cups, sticks, cubes, buckets etc.) taking into consideration that the outer layer is not representative of the sample due to edging or deoiling and therefore have to be removed during sample preparation. For this purpose, a butter drill (inner diameter 1,5 cm) can be used to withdraw a drill pellet as long as possible from the fat sample. The ends of this subsample should be discarded as far as possible (or only the upper end in the case of large diameter containers). Only the middle piece (or the lower end piece) is to be used for weighing. If, exceptionally, it is necessary to prepare an aggregated sample from several individual samples and to take the final sample from it, these are homogenized by thorough mixing at preferably 18 to 24 °C.

Note: The mixing temperature must not exceed 35 °C. Attention is drawn to the risk of destroying the stable and homogeneous margarine emulsion.

7 Procedure

7.1 Extraction

- 7.1.1 Use an Erlenmeyer flask, a round bottom flask or an extraction vessel depending on whether the combined distillation-extraction attachment, the Soxhlet apparatus with rotary evaporator or an automated extraction unit is used. Place two boiling chips in the flask or vessel, dry at $103\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$ for 60 min and after cooling at room temperature weigh to the nearest 1 mg.
- 7.1.2 Fill approx. 15 g of sodium sulfate into an extraction thimble.
- 7.1.3 Weigh approx. 1–3 g of the spreadable fat sample directly into the extraction thimble to the nearest 1 mg. Mix the contents with the glass rod until the sodium sulphate has absorbed the water from the sample and the mass no longer has a greasy shine. Carefully wipe the glass rod with cotton wool soaked in petroleum ether and place the cotton wool in the thimble.

Note 1: The weight of the sample depends on the expected fat content. The fat balance should be between 0,5 g and 1,5 g.

Note 2: Alternatively, the following method has proved successful for samples with a high water content:

Weigh into a mortar with a glass rod about 25 g of sodium sulphate. Weigh about 5 g of sodium sulphate into a watch glass and then weigh in the sample. Transfer the contents of the watch glass to the mortar and cover with some sodium sulphate (add a spatula of sea sand if necessary). Make sure that the total weight (sample + sodium sulphate) does not exceed 40 g. Mix the contents of the mortar with the glass rod until the sodium sulphate has absorbed the water from the sample and the mass no longer

DGF Standard Methods	Section K – Fatty Food
Page 5/8	K-I 2a (23)

has a greasy shine. Transfer the contents of the mortar quantitatively into an extraction tube. Carefully wipe out the mortar, the glass rod and the watch glass with cotton wool soaked in petroleum ether and add the cotton wool to the thimble.

- 7.1.4 Place the extraction thimble with the sample in the extraction attachment, fill the required amount of petroleum ether into the Erlenmeyer flask, round bottom flask or extraction vessel and extract with petroleum ether for 3 hours. Maintain a distillation rate of 4 to 5 mL/min.

Note: When using an automated extraction unit, approx. 90 mL of petroleum ether is required for extraction. The extraction time can be considerably shorter in modern extraction units, especially if a hot extraction phase according to Randall is used upstream.

- 7.1.5 After completion of the extraction, switch over the combined distillation-extraction attachment or attach the round bottom flask to the rotary evaporator and distill off the petroleum ether.

Note: When using a rotary evaporator, make sure the core grinding is not greased.

7.2 Drying and weighing

- 7.2.1 If necessary, blow off solvent residues with nitrogen and place the flask in the drying oven for a maximum of 2 h and dry at $103\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$.

If an automated extraction unit is used, place the extraction vessel in the drying oven for 1 h depending on the design of the extraction vessel and dry at $103\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$.

Note: The circulation function of the drying oven can reduce the drying time and oxidation during drying. Lower drying times are also possible, when it is possible to lay the vessels in the drying oven and the vessels are made of metal.

- 7.2.2 Weigh the flask or extraction tube to the nearest 1 mg after cooling to room temperature (protected from dust).

- 7.2.3 Repeat the procedure with drying times of half an hour each until the mass is constant (mass change of m_2 not more than 1 mg). Any increase in mass is not considered; in any case, base the calculation on the lowest balance value obtained.

Note: Drying and weighing must be carried out immediately after each other.

8 Result of the determination

8.1 Calculation

The fat content w^* in g/100 g of the sample is calculated according to the following formula:

$$w = \frac{(m_2 - m_1)}{m} * 100$$

where:

m_2 is the mass of the flask/extraction vessel with boiling stones and extraction residue in grams;

m_1 is the mass of the flask/extraction vessel with boiling stones in grams;

m is the mass, in grams, of the test portion.

The result shall be given with one decimal place in g/100 g.

8.2 Precision of the method

The following values have resulted from previous practice.

8.3 Repeatability limit (r)

The repeatability limit (r) is the value less than or equal to the absolute difference between two test results which can be expected with a probability of 95 %, under repeatability conditions.

* w = mass fraction

DGF Standard Methods	Section K – Fatty Food
Page 7/8	K-I 2a (23)

Repeatability conditions are defined as conditions under which test results are obtained with the same method, on identical test material, in the same laboratory, by the same operator, using the same equipment and reagents, within a short interval of time.

Two determinations carried out in succession on the same day in the same laboratory with the same operator and the same apparatus on the same sample must not differ by more than 0,19 g/100 g for margarine and 0,6 g/100 g for half-fat margarine.

8.4 Reproducibility limit (*R*)

The reproducibility limit (*R*) is the value less than or equal to the absolute difference between two test results which can be expected with a probability of 95 %, under reproducibility conditions.

Reproducibility conditions are defined as conditions under which test results are obtained with the same method, on identical test material, in different laboratories, by different operators, using different equipment and reagents, within a short interval of time.

Two determinations carried out on the same sample in two different laboratories must not differ by more than 0,36 g/100 g for margarine and 0,8 g/100 g for half-fat margarine.

9 Test report

The result of the determination shall be stated in the report together with a reference to this method. Furthermore, the report shall include all details required to identify the sample, and, if necessary, all special treatments and operations not specified within the method.

10 Literature

- [1] L 13.05-3:05-2002 *Bestimmung des Fettgehaltes in Margarine und anderen Streichfetten* der amtlichen Sammlung von Untersuchungsverfahren nach § 64 LFGB, Beuth Verlag, Berlin, Germany
- [2] DIN EN ISO 17189:2003 *Butter, Butterfettemulsionen und Streichfette – Bestimmung des Fettgehaltes* (reference method)

11 Changes

This revised standard method includes the following changes:

- a) The use of modern extraction systems was described.
- b) The use of a glass filter crucible was deleted.
- c) The use of a convection oven was recommended.
- d) The method was editorially revised.