

Zeitschrift: Mitteilungen aus dem Gebiete der Lebensmitteluntersuchung und Hygiene = Travaux de chimie alimentaire et d'hygiène

Herausgeber: Bundesamt für Gesundheit

Band: 28 (1937)

Heft: 1-2

Artikel: Ueberprüfung der von Fellenberg'schen gravimetrischen Lactose- und Saccharosebestimmung in Milkschokolade : Nachtrag: Gravimetrische Saccharosebestimmung in gewöhnlicher Schokolade

Autor: Fellenberg, Th. von / Werder, J.

DOI: <https://doi.org/10.5169/seals-982885>

Nutzungsbedingungen

Die ETH-Bibliothek ist die Anbieterin der digitalisierten Zeitschriften. Sie besitzt keine Urheberrechte an den Zeitschriften und ist nicht verantwortlich für deren Inhalte. Die Rechte liegen in der Regel bei den Herausgebern beziehungsweise den externen Rechteinhabern. [Siehe Rechtliche Hinweise.](#)

Conditions d'utilisation

L'ETH Library est le fournisseur des revues numérisées. Elle ne détient aucun droit d'auteur sur les revues et n'est pas responsable de leur contenu. En règle générale, les droits sont détenus par les éditeurs ou les détenteurs de droits externes. [Voir Informations légales.](#)

Terms of use

The ETH Library is the provider of the digitised journals. It does not own any copyrights to the journals and is not responsible for their content. The rights usually lie with the publishers or the external rights holders. [See Legal notice.](#)

Download PDF: 31.03.2025

ETH-Bibliothek Zürich, E-Periodica, <https://www.e-periodica.ch>

Ueberprüfung der von Fellenberg'schen gravimetrischen Lactose- und Saccharosebestimmung in Milchsokolade.

Nachtrag:

Gravimetrische Saccharosebestimmung in gewöhnlicher Schokolade.

Von Dr. Th. von FELLEBERG.

(Aus dem Laboratorium des Eidg. Gesundheitsamtes, Vorstand: Prof. Dr. J. Werder.)

Das Eidgenössische Gesundheitsamt ist von seiten der Schokoladenindustrie darauf aufmerksam gemacht worden, dass die Zuckerbestimmung nach meinem gravimetrischen Verfahren, wie es in der 3. Auflage des Schweizerischen Lebensmittelbuches steht, keine ganz richtigen Werte gebe. Da die Methode auch unverändert in den druckfertigen Entwurf der 4. Auflage übergegangen ist, ergab sich die Wünschbarkeit, die Methode nachzuprüfen und soweit möglich richtigzustellen.

Eine eventuelle Unstimmigkeit konnte verschiedene Ursachen haben. Sie konnte in der Bestimmung selber oder in der Berechnung liegen.

Zur Bestimmung der Lactose wird der durch Kupferfällung gereinigte Schokoladauszug wie üblich nach Soxhlet 6 Minuten mit Fehling-Lösung verkocht und das ausgefallene Cuprooxyd gewogen und vorläufig als Lactose berechnet. Zur Bestimmung der Saccharose wird ein Teil der Lösung invertiert, 2 Minuten mit Fehling-Lösung verkocht und das abfiltrierte und gewogene Cuprooxyd vorläufig als Invertzucker berechnet. Nach Abzug der in Invertzucker umgerechneten Lactose wird der Rest in Saccharose umgerechnet.

Die Berechnung der Lactose erfordert nun noch zwei Korrekturen. Wie ich beim Ausarbeiten einer Analysenmethode für gezuckerte kondensierte Milch¹⁾ festgestellt hatte, wirkt Saccharose auch vor der Inversion bei dem 6 Minuten langen Kochen merkbar auf Fehling-Lösung ein, und zwar ungefähr so stark, wie wenn 1% davon Lactose wäre. Demgemäss ist an der Rohlactose ein entsprechender Abzug zu machen. Ferner enthält Kakaomasse stets etwas reduzierenden Zucker. Da er Lactose vortäuscht, muss auch für ihn ein entsprechender Abzug gemacht werden. Kakaomasse enthält auch etwas Saccharose; ihre Menge ist aber so gering, dass es nicht notwendig ist, nun auch noch an der Saccharose einen Abzug zu machen, besonders, da die Saccharosebestimmung überhaupt die Tendenz hat, etwas zu niedrige Werte zu liefern.

Zur Korrektur der Lactose ist also streng genommen die Kenntnis des Saccharosegehaltes, des Gehaltes an fettfreier Kakaomasse und des natürlichen Zuckergehaltes der fettfreien Kakaomasse notwendig. Den Zuckergehalt der Kakaomasse können wir natürlich in einer vorliegenden Schokolade nicht feststellen; wir sind auf eine mittlere Korrektur angewiesen, welche wir ein- für allemal feststellen müssen.

¹⁾ Th. von Fellenberg, Mitt. 3, 321, 1912.

Bei der Aufstellung dieser Korrektur stützte ich mich seinerzeit auf Analysen von *Ridenour*²⁾, der bei 10 verschiedenen Sorten von rohen, ungeschälten Kakaobohnen im Mittel 1,36% reduzierenden Zucker, als Glucose berechnet, fand. Die Untersuchung einer Handelsmilchschokolade mit bekanntem Lactose- und Saccharosegehalt ergab unter Zugrundelegung dieser Zahl befriedigende Werte.

Janssen und *Dehut*³⁾ fanden in 8 Proben Kakaobohnen 0,17—1,26, im Mittel 0,76% reduzierenden Zucker, nach *Bertrand* bestimmt, also wesentlich weniger als *Ridenour*.

Der Gehalt einer Milchschokolade an fettfreier Kakaomasse lässt sich nicht direkt bestimmen. Er muss nach Ausführung der Gesamtanalyse aus der Differenz berechnet werden. Selbstverständlich ist dies ein so zeitraubendes Verfahren, dass man auch da gerne einen mittleren Gehalt feststellen und daraus eine mittlere Korrektur bestimmen wird. Das geschah auch damals. Inzwischen hat sich, im Laufe von mehr als 20 Jahren, die Zusammensetzung der Milchschokoladen wesentlich geändert. Man verwendet heute weniger Kakaomasse als damals, sodass es angebracht ist, diese Korrektur einer Revision zu unterziehen.

Für die Korrektur, welche wegen der Reduktion der Saccharose notwendig wird, hatte ich seinerzeit auch einen konstanten Betrag, gestützt auf einen mittleren Saccharosegehalt, angenommen, hauptsächlich um die Rechnung zu erleichtern. Genauer ist es natürlich, die Korrektur dem jeweiligen Zuckergehalt anzupassen.

Bei der Ueberarbeitung der Methode, die nun erfolgen sollte, kam es mir sehr darauf an, die Reduktion des Kakaos an Hand eines grössern Materials zu ermitteln. Ich wollte mich diesmal nicht auf das Mittel verschiedener Kakaosorten stützen, da ihr Mischungsverhältnis ja im einzelnen Fall nur den betreffenden Fabriken bekannt ist, sondern auf die fertigen Kakaomassen, welche zur Herstellung von Milchschokoladen Verwendung finden. Ich wandte mich daher an das Schweizerische Schokoladesyndikat mit der Bitte, mir von allen dem Syndikat angeschlossenen Fabriken Muster von Milchschokoladen und von den Kakaomassen, welche zur Herstellung der Milchschokoladen gedient hatten, zukommen zu lassen. Ferner erbat ich mir Angaben über den Gehalt der Schokoladen an fettfreier Kakaomasse, Lactose (bzw. Trockenmilch) und Saccharose. Das Material ist mir denn auch in reichlicher Menge geliefert worden; die Angaben waren teilweise genau, teilweise fehlte die Angabe über den Saccharosegehalt und die Kakaomasse, in einem Fall waren überhaupt keine Angaben gemacht worden, sodass sich hier die Analyse erübrigte. Allen diesen Firmen, welche mich durch ihre Lieferungen und Mitteilungen unterstützten, besonders auch Herrn Dr. *Burckhardt*, Sekretär des Schokoladesyndikates, welcher das gesamte Material vermittelte, spreche ich hiermit meinen besten Dank aus.

2) Ref. Vierteljahrsschrift für Nahr. u. Gen. **10**, 39, 1895.

3) Bull. off. Cacao **5**, 311, 1935.

Bevor wir zu der Analyse dieser Milkschokoladen übergehen, mögen Versuche besprochen werden, bei welchen die Einzelbestandteile der Milkschokolade, Trockenmilch, Kakao und Saccharose teils für sich, teils in Mischung untersucht wurden. Daraus wurde dann die Berechnung abgeleitet. Man verwendete eine Trockenmilch mit 25% Fettgehalt und eine bestimmte Kakaomasse mit 53,5% Fettgehalt. Es wurden 3 Mischungen gemacht, welche wohl nahezu die extremsten Fälle in der Zusammensetzung umfassen. Sie entsprechen folgenden Verhältnissen:

	I	II	III
% Kakaomasse	10,956	26,294	19,721
= % fettfreie Kakaomasse	5	12	9
Trockenmilch	16	16	24
= % Lactose	5,86	5,86	8,79
% Saccharose	55	40	45

Den Fehlbetrag bis zu 100 hätte man sich bei richtiger Schokolade als Kakaofett zu denken; zugesetzt wurde solches der Einfachheit halber nicht.

Man mischte solche Materialmengen, dass 10 g der theoretischen Milkschokoladen erhalten wurden, wobei die Milch als Lösung von geeigneter Konzentration zupipettiert, das Kakaopulver mit 50° warmem Wasser aufgeschwemmt und nach dem Abkühlen zugegeben wurde. Nach Auffüllen auf ungefähr 450 cm³ wurde mit 15 cm³ Fehling'scher Cuprisulfatlösung und tropfenweise unter Umschütteln mit 2,5 cm³ n-Natronlauge versetzt, das Volumen auf 500 cm³ ergänzt und filtriert. Für die Bestimmung vor der Inversion wurden 100 cm³, entsprechend 2 g Milkschokolade verwendet. Zur Inversion wurden 50 cm³ der Lösung mit 1 cm³ n-Salzsäure 1/2 Stunde im siedenden Wasserbad erhitzt, nach dem Abkühlen und Neutralisieren auf 200 cm³ aufgefüllt und davon 50 cm³, entsprechend 0,25 g Schokolade verwendet.

Die Milch allein ergab 0,1813 g Cu₂O = 5,859% Lactose.

Milch + Kakao im Verhältnis der Mischungen I und II ergaben 0,1858 g Cu₂O = 6,02% Lactose. Die Differenz für 5% fettfreie Kakaomasse beträgt somit 0,233% oder für jedes Prozent fettfreie Kakaomasse 0,0466%.

Milch + Kakao + Saccharose im Verhältnis der Mischung I ergaben 0,3036 g Cu₂O = 6,607% Lactose. Die Differenz für 55% Saccharose beträgt 0,515%, als Lactose berechnet oder für jedes % Saccharose 0,00935%.

Früher⁴⁾ hatte ich diesen Betrag zu 0,01 gefunden, indem ich grössere Saccharosemengen mit Fehling'scher Lösung erhitzte. Es ist aber richtiger, wie ich jetzt vorgehe, die Saccharose der lactosehaltigen Flüssigkeit zuzusetzen. Wir haben also diese neue Korrektur anzuwenden.

Die folgenden Zahlen zeigen nun, welche Lactosewerte sich bei den 3 Mischungen von Milch, Kakao und Saccharose berechnen. Dabei ist zu berücksichtigen, dass der Lactosewert der Mischung I automatisch stimmen

⁴⁾ Mitt. 3, 321, 1912.

muss, da die Korrekturen sich ja von diesen Bestimmungen ableiten. Wenn aber die so ganz anders zusammengesetzten Mischungen II und III ebenfalls richtige Werte geben, so ist damit die Gültigkeit der Berechnung erwiesen.

	I	II	III
mg Cu ₂ O auf 2 g	0,2036	0,2085	0,2927
% Rohlactose	6,607	6,780	9,620
Abzug für die Saccharose (0,00935 . Saccharose)	0,515	0,375	0,420
Differenz	6,092	6,405	9,200
Abzug für den Kakao (0,0466 . fettfr. Kakao) .	0,233	0,560	0,420
% Reinlactose	5,86	5,845	8,48
berechnet	5,86	5,86	8,49
Differenz	—	— 0,015	— 0,01

Die Werte sind ausserordentlich genau, was für die Richtigkeit der Korrekturen spricht.

Gehen wir nun zu den Bestimmungen nach der Inversion über. Wir berechnen aus dem gewogenen Cuprooxyd den Roh-Invertzucker, subtrahieren davon die durch den Faktor 1,48 dividierte Lactose, und zwar den Wert, der nach Anbringen der Saccharosekorrektur erhalten worden ist, und multiplizieren die Differenz mit 0,95.

Als Umrechnungsfaktor der Lactose in Invertzucker ist früher (l. c.) 1,4 angegeben worden. Durch einen Druckfehler kam in die 3. Auflage des Lebensmittelbuches der Faktor 1,6. Neuere Bestimmungen haben mir nun gezeigt, dass der Faktor 1,48 am richtigsten ist.

Die Werte nach der Inversion sind:

	I	II	III
mg Cu ₂ O auf 0,25 g	0,3223	0,2463	0,2813
% Roh-Invertzucker	62,22	46,74	53,83
Abzug für die Lactose ($\frac{L}{1,48}$)	4,09	4,30	6,19
% Invertzucker	58,13	42,44	47,64
% Saccharose	55,22	40,47	45,16

Die Werte sind alle etwas zu hoch ausgefallen. Als nun der betreffende Rohrzucker für sich allein untersucht wurde, fand man auch hier einen zu hohen Wert. Eine Menge, welche unter gleichen Verhältnissen 50% Saccharose entsprechen würde, gab 0,2771 mg Cu₂O = 52,94% Invertzucker oder 50,29% Saccharose.

Diese Differenz von 0,58% muss wohl daher rühren, dass wir nach der Vorschrift des Schweizerischen Lebensmittelbuches nicht ganz gleich verfahren, wie *Meissl* seinerzeit bei Aufstellung der Invertzuckertabelle vorgegangen ist. Da die Originalvorschrift mir nicht zur Verfügung steht, ist mir der genaue Grund der Differenz nicht ganz klar. Es wäre möglich, dass *Meissl* mit stärkerer Säurekonzentration invertierte als wir, wobei ja stets etwas Zucker zerstört wird, oder dass die Kochgefässe in der Form

oder Grösse differierten oder dass die Fehling-Lösungen nicht gleich waren. Es sind ja in der Literatur Lösungen mit 50 (Soxhlet), 60,8 (modifizierte Lösung nach Fehling), 65 (Kjeldahl) g Natriumhydroxyd auf den Liter der gebrauchsfertigen Lösung angegeben. Das Lebensmittelbuch verwendet die Lösung nach Soxhlet.

Um die Richtigkeit unserer Bestimmungen zu prüfen, müssen wir die Werte auf Grund des Versuchs mit reiner Saccharose korrigieren und finden dann 54,99, 40,01 und 44,98% Saccharose statt 55, 40 und 45%, also fast theoretisch richtige Werte.

Nun ist aber noch ein weiterer kleiner Fehler zu korrigieren, welcher vom Volumen des Unlöslichen bei der Bereitung der Untersuchungslösung herrührt.

Da das vorhandene Fett und die ungelöste Kakaomasse ein gewisses Volumen einnehmen, haben wir aus unsern theoretischen 10 g Schokolade — in Wirklichkeit waren es weniger, da wir ja unterliessen, das Gewicht mit Kakaofett auf 10 g zu ergänzen — etwas weniger als 500 cm³ Flüssigkeit erhalten.

Berechnen wir nun das Volumen des Unlöslichen.

Das spezifische Gewicht des Kakaofettes ist bei 15/15° 0,95, dasjenige des Milchfettes 0,94.

Um den unlöslichen Anteil der fettfreien Kakaomasse zu bestimmen, wurden 2 g des hier verwendeten Kakao mit 50 cm³ 50° warmem Wasser geschüttelt und mit 2 cm³ Fehling'scher Kupfersulfatlösung versetzt, wobei Eiweisstoffe, Gerbstoffe, Kakaorot usw. ausfielen und eine leicht filtrierbare Lösung erhalten wurde. Da das Filtrat noch opaleszierte, wurde es 15 Minuten lang bei 3500 Touren zentrifugiert und abgegossen. Man leitete nun Schwefelwasserstoff ein, um das Kupfer zu fällen, filtrierte und bestimmte den Trockenrückstand. Nach Abzug der kleinen Menge Schwefelsäure, welche durch das Cuprisulfat hineingekommen war, fand man für 1 g Kakao oder 0,4564 g fettfreien Kakao 0,0987 g Lösliches. Es entspricht dies 21,6% Löslichem bzw. 78,4% Unlöslichem im fettfreien Kakao.

Das spezifische Gewicht des Unlöslichen kann zu 1,6 angenommen werden. Es entsprechen dann die 78,4 g Unlösliches auf 100 g fettfreien Kakao 49 oder rund 50 cm³ Unlöslichem. Jedes g fettfreier Kakao entspricht somit 0,5 cm³ Unlöslichem.

Unsere 3 Mischungen enthalten folgende Mengen Unlösliches:

	I		II		III	
	g	cm ³	g	cm ³	g	cm ³
Kakaofett	0,4956	= 0,522	1,4296	= 1,534	1,0721	= 1,130
Milchfett	0,40	= 0,425	0,40	= 0,425	0,60	= 0,640
fettfreier Kakao .	0,50	= 0,25	1,20	= 0,60	0,90	= 0,45
Vol. des Unlöslichen		1,197		2,559		2,22
Das Flüssigkeitsvolumen beträgt	498,8		497,4		497,8	
Fehler auf 100 cm ³	0,24		0,52		0,44	

Unsere Lösungen sind etwas zu konzentriert. Wenn wir z. B. 100 cm³ Filtrat Nr. I abmessen, so haben wir $\frac{100,24}{100}$ mal zuviel Material verwendet. Wir müssen somit die Endresultate durch 1,0024, 1,0052 und 1,0044 dividieren und finden dann:

	I	II	III
% Saccharose	54,86	38,80	44,78
Fehler . . .	— 0,14	— 0,20	— 0,22

Diese kleine Differenz von ungefähr 0,2% können wir vielleicht als eine Adsorption an den ausfallenden Kupferniederschlag auffassen.

Wenn wir den Umstand unberücksichtigt lassen, dass wir mit reiner Saccharose einen etwas zu hohen Wert erhalten haben, so ergeben sich die Werte:

	I	II	III
% Saccharose	55,08	40,27	44,94
Fehler . . .	+ 0,08	+ 0,27	— 0,06

Bei wirklichen Milkschokoladen wäre nun das Volumen des Unlöslichen grösser als bei unsern Mischungen. Wir müssen uns hier die Differenzen bis 100 durch Kakaofett ergänzt denken. Der wegen des Unlöslichen abzuziehende Betrag würde dann 0,62, 0,88 und 0,68% oder bei einem Gehalt von 50% Saccharose halb so viel ausmachen. Wir können diesen Fehler herabsetzen, indem wir grössere Verdünnungen wählen. Wenn wir statt 10 g nur 5 g Schokolade auf 500 cm³ verdünnen, so beträgt der Fehler nur halb so viel. Man würde also ungefähr 0,16—0,22% zuviel Saccharose finden bei einem Gehalt von 50%. Dieser Fehler ist nun so gering, dass wir ihn ruhig vernachlässigen können, besonders da die Saccharose erfahrungsgemäss meist etwas zu niedrig ausfällt.

Die verdünntere Lösung genügt auch für die Lactosebestimmung vollkommen. Bei dieser grössern Verdünnung ist zudem wahrscheinlich auch die Adsorption der Saccharose an den Kupferniederschlag geringer.

Wir werden also in Zukunft mit der grössern Verdünnung arbeiten und weder darauf Rücksicht nehmen, dass die Saccharosebestimmung bei unserer Versuchsanordnung etwas zu hohe Werte liefert, noch werden wir den Volumfehler korrigieren.

Wie aus dem bisherigen hervorgeht, sind bei der Berechnung folgende Korrekturen anzubringen:

Bei der Lactosebestimmung ist für jedes Prozent Saccharose ein Betrag von 0,00935 abzuziehen. Ferner ist für jedes Prozent fettfreie Kakao-masse ein bestimmter Betrag abzuziehen, der bei dem hier verwendeten Kakao 0,0466 ausmacht.

Zur Bestimmung der Saccharose wird die Lactose durch 1,48 dividiert und vom Roh-Invertzucker abgezogen.

Die Bestimmung der beiden Zuckerarten ist so voneinander abhängig, dass man zur Berechnung der einen schon den Gehalt der andern kennen

sollte. Eine Vereinfachung lässt sich nun vornehmen, wenn wir suchen, bereits die Rohlactose in Invertzucker umzurechnen, statt erst den nach der ersten Korrektur erhaltenen Wert. Der Versuch zeigt, dass wir sehr ähnliche Werte erhalten, wenn wir die Rohlactose durch 1,6 dividieren, als wenn wir die Lactose nach Abzug der Saccharosekorrektur durch 1,48 dividieren.

Nachdem wir die umgerechnete Lactose vom Roh-Invertzucker abgezogen haben, erhalten wir den Rein-Invertzucker, d. h. den Invertzucker, welcher der Saccharose entspricht. Diesen müssen wir nun durch Multiplikation mit 0,95 in Saccharose umwandeln und die Saccharose mit 0,00935 multiplizieren, um die Saccharosekorrektur zu erhalten, welche wir von der Rohlactose abzuziehen haben. Wir können aber auch gleich den Rein-Invertzucker mit 0,0089 bzw. mit 0,009 multiplizieren, was auf dasselbe herauskommt. Diese Berechnungsart ergibt bei unsern drei Analysen:

	I	II	III
Rohlactose	6,607	6,780	9,620
0,0089 . Invertzucker . . .	0,517	0,378	0,426
Lactose-Saccharose-Korrektur	6,090	6,402	9,194
Dasselbe früher berechnet .	6,092	6,405	9,200
Differenz	— 0,002	— 0,003	— 0,006

	I	II	III
Roh-Invertzucker	62,22	46,74	53,83
Rohlactose durch 1,6	4,16	4,23	6,01
Invertzucker	58,06	42,51	47,82

Die Berechnung aus der vereinfachten Saccharosekorrektur ergibt somit bei der Lactosebestimmung Differenzen, welche höchstens 6 in der 3. Dezimale betragen. Diese Berechnungsart kann also ohne Bedenken angewendet werden. Es fragt sich nun, ob wir zur Berechnung der Saccharose den auf diese Weise berechneten Invertzuckergehalt ebenfalls verwenden dürfen oder ob wir genötigt sind, die Umrechnung der Lactose nach Abzug der Saccharosekorrektur durch Division durch 1,48 vorzunehmen, wie wir es früher machten. Die beiden Berechnungsarten ergeben:

		I	II	III
Rohlactose durch 1,6 :	Saccharose =	55,16	40,37	45,44
Lactose-Saccharose-Korr. » 1,48:	» =	55,13	40,47	45,16
	Differenz	+ 0,03	— 0,10	+ 0,28

Die Berechnung aus der Rohlactose gibt also gewisse Fehler, die bei Erhöhung der fettfreien Kakaomasse negativ, bei Erhöhung des Milchgehaltes positiv werden. Die Fehler sind indessen nicht sehr bedeutend und könnten eventuell im Hinblick auf die Vereinfachung noch in Kauf genommen werden.

Vergegenwärtigen wir uns nun, welche Lactose- und Saccharosewerte die Berechnung des Lebensmittelbuches bei unsern 3 Mischungen ergeben würde. Von der Rohlactose sind vorerst 0,45% als Saccharosekorrektur ab-

zuziehen, sodann weitere 0,7% als Kakaokorrektur. Nach Abzug der ersten Korrektur ist die Lactose durch 1,4 (die Zahl 1,6 im Lebensmittelbuch beruht auf einem Druckfehler) zu dividieren, um sie in Invertzucker umzurechnen. Nach Abzug dieses Wertes vom Roh-Invertzucker und Umrechnung des Rein-Invertzuckers in Saccharose werden 0,2% abgezogen, um den Fehler des Volumens des Unlöslichen zu korrigieren. Man findet so:

	I	II	III		I	II	III
Lactose	5,46	5,63	8,47	Saccharose	54,75	39,92	44,62
Fehler	-0,40	-0,23	-0,31	Fehler	-0,25	-0,08	-0,38

Der Fehler ist überall negativ, übersteigt aber nirgends 0,4%. Wenn wir allerdings den unrichtig wiedergegebenen Faktor zur Umrechnung der Lactose in Saccharose anwenden, ergeben sich Saccharosefehler von +0,45, +0,65 und +0,71%.

Wie bereits erwähnt, basiert die Kakaokorrektur auf der Annahme von so hohen Kakaogehalten, wie sie heute nicht mehr üblich sind. Reduzieren wir demgemäss den Abzug gefühlsmässig von 0,7 auf 0,4%, so finden wir Lactosefehler von -0,10, +0,07 und -0,01%, also praktisch richtige Werte. Würden wir bei der Berechnung des Saccharosegehaltes von der letzten Korrektur, Abzug von 0,2% wegen des Volumens der Unlöslichen, absehen, so erhielten wir Fehler von -0,05, +0,12 und -0,18%, also auch hier praktisch richtige Werte.

Die nächste Aufgabe, die sich nun stellte, war, die Menge der reduzierenden Substanzen in den verschiedenen, von den Fabriken gelieferten Kakao-masser festzustellen. Es zeigte sich dabei, dass die Fällung mit Cuprisulfat und Natronlauge nicht sehr geeignet ist, bei reinem Kakao die störenden Substanzen zu entfernen. Schon die Farbe der Filtrate weist neben dem Blau des überschüssigen Kupfersalzes einen bräunlichen bzw. olivefarbigen Ton auf. Je nach der Menge des Fällungsmittels und dem gegenseitigen Verhältnis von Cuprisulfat und Natronlauge erhält man auch etwas verschiedene Reduktionen. Günstiger liegen die Verhältnisse, wenn wir die Fällung in Gegenwart von Milch vornehmen, wie dies bei Milkschokolade der Fall ist. Das ausfallende Kasein reisst die störenden Substanzen offenbar grossenteils mit. Es empfiehlt sich daher, die Reduktionswirkung so festzustellen, dass man entweder einer Milkschokolade, die man analysiert hatte, eine bestimmte Menge Kakao zusetzte und die Erhöhung des Lactosewertes feststellte, oder indem man einer analysierten Milch den Kakao zufügte. Allerdings waren die nach beiden Verfahren erhaltenen Werte jeweilen nicht vollständig identisch, es zeigte sich sogar, dass gewisse kleine Differenzen auftraten, wenn dieselbe Kakaomenge mit verschiedenen Milchmengen gemischt wurde. Immerhin sind die Differenzen nicht bedeutend, und da wir ja schliesslich einen Mittelwert von allgemeiner Gültigkeit aufzustellen suchten, konnte doch der Ueberblick über die Streuung und ihre Wirkung auf die extremen Fälle genügend gefunden werden.

Die Gehaltsangaben, welche uns von den verschiedenen Fabriken gemacht wurden, sind selbstverständlich von verschiedener Genauigkeit, je nach dem Stand der Fabrikkontrolle, nach dem Grad der Genauigkeit des Abwägens der Einzelbestandteile, je nach der genauen Kenntnis oder der blossen Schätzung des Lactosegehaltes der verwendeten Trockenmilch.

Im folgenden seien die Analysen einiger Milchsokoladen wiedergegeben, bei denen angenommen werden durfte, dass die Gehaltsangaben auf besonders genauer Berechnung beruhten, waren sie doch auf zwei Dezimalen angegeben. Nach Ausführung der Analyse wurde einer neuen Probe eine bestimmte Menge desjenigen Kakaos zugesetzt, welcher bei Herstellung der Schokolade verwendet worden war, und die Lactosebestimmung wiederholt. Man fand:

Tab. 1.

Nr.	Angaben			gefunden		Erhöhung durch		%		Differenz	
	Lac- tose	Saccha- rose	fettfreier Kakao	Roh- lactose	Roh- Invertzuck.	je 1 % fett- freien Kakao	den Kakao der Schokol.	Lac- tose	Saccha- rose	Lac- tose	Saccha- rose
1.	7,21	47,87	5,0	7,986	54,76	0,0435	0,217	7,21	47,18	+ 0,12	- 0,69
2.	7,95	48,87	5,8	8,794	55,49	0,0439	0,255	8,09	47,35	+ 0,14	- 0,52
3.	6,86	40,76	12,5	7,525	46,68	0,0339	0,427	6,73	39,77	- 0,13	- 0,99
4.	6,72	48,53	7,0	7,784	55,49	0,0429	0,300	7,03	48,03	- 0,31	- 0,50
5.	6,38	48,56	7,2	7,179	55,88	0,0429	0,308	6,31	48,76	- 0,07	- 0,20

Die Lactosewerte können als befriedigend betrachtet werden; einzig bei Nr. 4 ist die Differenz etwas gross. Die Saccharose zeigt in 4 von 5 Fällen einen zwischen 0,5 und 1% liegenden Fehlbetrag. Es finden sich in der Literatur Angaben, dass bei der Schokoladeherstellung kleine Mengen Saccharose entweder invertiert oder zerstört, wohl karamelisiert würden. Eine Inversion lässt sich in unserm Fall nicht nachweisen; denn sie müsste eine Erhöhung der Lactose vortäuschen. Die Möglichkeit einer Karamelisierung lässt sich wohl nicht ganz von der Hand weisen.

Bei den laufenden Untersuchungen kann man natürlich nicht wie hier die Reduktion des wirklich vorliegenden Kakaos in Rechnung setzen, sondern man muss einen mittleren Wert für die Reduktion der fettfreien Kakao-masse berechnen. Die folgenden Zahlen geben in steigender Anordnung die für 22 eingelieferte Kakaomassen gefundenen Werte an reduzierendem Zucker, berechnet als g Lactose und bezogen auf fettfreie Masse, wieder. Selbstverständlich musste in allen Fällen auch der Fettgehalt bestimmt werden. Die betreffenden Zahlen gebe ich nicht an, da sie für unsere Betrachtung belanglos sind. Es wurde gefunden pro 100 g fettfreie Kakaomasse: 2,20, 3,08, 3,14, 3,33, 3,38, 3,39, 3,47, 3,60, 3,62, 3,63, 3,68, 3,70, 3,75, 3,87, 4,10, 4,22, 4,29, 4,35, 4,36, 4,39, 4,44, 4,85. Im Durchschnitt macht das auf 1 g fettfreie Kakaomasse 0,036 g Lactose aus. Wenn wir von den beiden extremsten Werten absehen, bewegen sich die Zahlen zwischen 0,0308 und 0,0444; sie variieren also nicht besonders stark.

Es wurden nun sämtliche eingelieferten Schokoladeproben, von denen Gehaltsangaben vorlagen, untersucht, im ganzen 26 Proben. Von drei Pro-

ben, alle von derselben Fabrik, fehlten die Zahlen; hier hatte die Analyse keinen Zweck.

Der Gehalt an fettfreier Kakaomasse war nur in 15 Fällen angegeben. Hier konnte die Kakaokorrektur entsprechend angebracht werden, indem man für jedes Prozent fettfreier Kakaomasse 0,036% von der Lactose abzog. In den übrigen Fällen musste ein mittlerer Gehalt angenommen werden. Bei 11 gewöhnlichen Milkschokoladen berechnet sich ein Durchschnittsgehalt von 5,5% fettfreier Kakaomasse. Diese 5,5% erfordern einen Abzug von 0,20% von der Lactose. 4 Proben, welche entweder als bittere Milkschokoladen oder als Rahmschokoladen bezeichnet sind, enthalten im Mittel 12,4% fettfreie Kakaomasse. Dies würde einen Abzug von rund 0,45% Lactose erfordern. Wir haben also diese beiden Abzüge zu machen, je nachdem eine gewöhnliche oder aber eine bittere oder Rahmschokolade vorliegt.

Da wir in der Praxis nun aber den Gehalt an fettfreier Kakaomasse nicht kennen und seine Bestimmung aus der Differenz recht umständlich ist, sind wir hier stets auf die letztere Berechnungsart angewiesen. Wir wenden sie also in zweiter Linie auch bei den 15 ersten Proben an und können so den Grad der Genauigkeit dieser theoretisch weniger genauen Berechnungsart prüfen.

Die nebenstehende Tabelle bringt die Zusammenstellung dieser Analysen.

Von den 5 ersten Schokoladen liegen uns nun drei verschiedene Berechnungsarten der Lactose vor, die eine in Tabelle 1, bei welcher der jeweilige Gehalt des bei der betreffenden Schokolade verwendeten Kakaos genau berücksichtigt ist, Tabelle 2, Kolonne 10, wobei ein mittlerer Gehalt an reduzierendem Zucker in der Kakaomasse angenommen wurde, und Kolonne 14, die vereinfachte Berechnung, welcher ausserdem ein mittlerer Gehalt an Kakaomasse zugrunde liegt.

Die Differenzen gegenüber der ersten, genauesten Berechnungsart sind:

	1.	2.	3.	4.	5.
II	+ 0,05	+ 0,05	+ 0,01	+ 0,05	+ 0,15
III	+ 0,01	+ 0,06	— 0,03	+ 0,10	+ 0,21

Die Differenzen sind so gering, dass auch die vereinfachte Berechnungsart als genau bezeichnet werden kann. Dasselbe zeigen auch die Unterschiede zwischen der zweiten und dritten Berechnungsart bei den Proben 6—15. Sie betragen im Maximum 0,05%.

Die Differenzen gegenüber den Angaben der Fabriken sind bei der Lactose in der Regel nicht bedeutend; in einzelnen Fällen sind aber doch beträchtliche Unterschiede vorhanden, die bei den drei letzten Nummern der Tabelle über 1, ja sogar bis 2,4% betragen. Kleine Abweichungen lassen sich ja leicht dadurch erklären, dass die Lactose wohl in den meisten Fällen in den Fabriken aus dem Zusatz an Trockenmilch berechnet worden ist. Wenn man nun Trockenmilch gleich Milchtrockensubstanz annimmt und ihren Wassergehalt unberücksichtigt lässt, so berechnet man schon einen

Tab. 2.

Nr.	Angaben der Fabriken						Roh-lactose	Roh-Invert-zucker	Lac-tose	Saccha-rose	Differenz		Lactose, ver-einfachte Berechn.	Differenz
	Typus	Milch-trocken-substanz	Deren Fett-gehalt	Lac-tose	Saccha-rose	fettfreie Kakao-masse					Lac-tose	Saccha-rose		
1.	Milchschokolade			7,21	47,87	5,0	7,986	54,76	7,38	47,18	+ 0,17	- 0,69	7,34	+ 0,13
2.	»			7,95	48,87	5,8	8,794	55,49	8,14	47,35	+ 0,19	- 1,52	8,15	+ 0,20
3.	Bitterschokolade			6,86	40,76	12,6	7,525	46,68	6,72	39,77	- 0,14	- 0,99	6,70	- 0,16
4.	Milchschokolade			6,72	48,53	7,0	7,784	55,49	7,08	48,03	- 0,36	- 0,50	7,13	+ 0,41
5.	»			6,38	48,56	7,2	7,179	55,88	6,46	48,76	+ 0,08	- 0,08	6,52	+ 0,14
6.	Bitterschokolade			5,3	40,0	13,5	6,069	46,26	5,22	40,20	- 0,08	+ 0,20	5,24	- 0,06
7.	Milchschokolade			5,6	55,0	4,5	6,124	61,39	5,46	54,67	- 0,14	- 0,33	5,41	- 0,19
8.	»			7,1	45,0	6,75	7,608	48,14	6,98	45,64	- 0,12	+ 0,64	7,02	- 0,08
9.	Rahmschokolade			5,3	40,0	13,5	6,298	44,80	5,48	38,88	+ 0,18	- 0,12	5,49	+ 0,19
10.	Milchschokolade			7,3	52,0	5,1	7,566	58,42	6,92	50,97	- 0,38	- 1,03	6,89	- 0,41
11.	»			7,9	44,5	5,5	8,518	52,08	7,92	44,26	+ 0,02	- 0,24	7,90	0
12.	»			6,6	50,2	4,9	7,394	57,32	6,76	50,01	+ 0,16	- 0,19	6,73	+ 0,13
13.	»	18	22,2	7,27	52,2	4,3	7,332	54,94	6,73	47,93	- 0,54	- 4,27	6,68	- 0,59
14.	»	22,6	24,7	8,82	47,0	4,9	9,202	55,08	8,59	46,87	- 0,23	- 0,13	8,56	- 0,26
15.	»	22,5	36	7,47	42,8	9,2	8,349	49,13	7,64	41,74	- 0,17	- 1,06	7,51	- 0,19
16.	»	20,53	25	7,85	—	—	8,321	54,60		47,93			7,68	- 0,17
17.	»	22	25	8,54	—	—	9,608	53,62		45,05			8,98	- 0,44
18.	»	21	25	8,15	—	—	8,016	52,90		45,41			7,39	- 0,76
19.	»	16	25	6,20	—	—	6,252	55,95		49,45			5,59	- 0,61
20.	»	21	25	8,15	—	—	8,851	53,90		45,80			8,22	+ 0,07
21.	»	14,5	—	5,45	—	—	6,086	58,20		51,68			5,40	- 0,05
22.	»	20	—	7,5	—	—	7,973	52,74		45,43			7,35	- 0,15
23.	Rahmschokolade	24	—	9,0	—	—	9,620	52,08		43,76			8,76	- 0,24
24.	Milchschokolade	26	—	10,12	—	—	9,560	55,38		46,96			8,92	- 1,20
25.	»	20	—	7,79	—	—	6,045	58,00		51,50			5,36	- 2,40
26.	»	28	—	10,5	—	—	9,808	48,12		39,92			9,23	- 2,07

etwas zu hohen Gehalt. Ferner dürfte die Berechnung der Lactose aus der Milchtrockensubstanz nicht überall auf gleiche Weise erfolgen. In denjenigen Fällen, wo einfach Milchtrockensubstanz angegeben war und ich die Berechnung selbst durchzuführen hatte, richtete ich mich nach den Angaben des Entwurfes zur Neuauflage des Schweizerischen Lebensmittelbuches, welches nach *Härtel* und *Jaeger*⁵⁾ 27,75% Fett und 37,55% Lactose oder auf fettfreie Milchtrockensubstanz 51,9% Lactose annimmt⁶⁾. Es sind das die Schokoladen 13—26. Bei Nr. 13—15 lagen ausser der Milchtrockensubstanz noch die Werte für Lactose vor, und zwar 7,5, 9,1 und 7,7%. Sie stimmen mit der Zusammensetzung nach *Härtel* und *Jaeger* nicht genau überein, weshalb ich die nach diesen Autoren berechneten Werte einsetzte.

Ferner ist der Umstand zu berücksichtigen, dass der Gehalt der Milch an Lactose gewissen jahreszeitlichen Schwankungen unterliegt, was die Genauigkeit der Berechnung beeinträchtigen kann. Die grössern Differenzen rühren aber gewiss nicht davon her, sie dürften einfach von einem mangelhaften Abwägen der Rohmaterialien herkommen. Man kann sich auch fragen, ob die Mischung bei der Schokoladeherstellung so genau erfolgt, dass die Zusammensetzung wirklich in allen Partien genau gleich ist.

Die Saccharosefehler sind im allgemeinen grösser als die der Lactose. Bei Nr. 13, wo 4,27% zu wenig gefunden wurde, liegt bestimmt ein Fehler in der Fabrikation vor; denn gerade diese Schokolade wurde am eingehendsten untersucht und zu vielen Versuchen auch mit andern Methoden benützt, über welche aus Platzmangel hier nicht berichtet werden kann. Wie schon erwähnt, halte ich es übrigens nicht für ausgeschlossen, dass bei der Herstellung der Schokolade etwas Saccharose durch Karamelisierung verloren geht; denn dass die Differenzen nicht von Fehlern in der Methodik herrühren, zeigen unsere Versuche mit den selbst hergestellten Mischungen von Trockenmilch, Kakao und Saccharose.

Zum Schluss möge die modifizierte Methode im Zusammenhang angegeben werden.

Bestimmung der Lactose und Saccharose in Milkschokolade.

5 g geraspelte Milkschokolade werden in einem Kölbchen mit ungefähr 30 cm³ ca. 50° warmem Wasser geschüttelt, bis keine kompakten Teile mehr sichtbar sind. Dann wird die Lösung auf Normaltemperatur abgekühlt, in einen 500-cm³-Messkolben übergeführt, auf ungefähr 450 cm³ verdünnt, mit 7,5 cm³ Fehling'scher Kupferlösung und unter Umschütteln mit 12,5 cm³ 0,1 n-Natronlauge versetzt, bei Normaltemperatur bis zur Marke aufgefüllt und filtriert.

⁵⁾ Z. U. N. G. 44, 293, 1922.

⁶⁾ Inzwischen wurden diese Zahlen nach einer Besprechung mit den Vertretern der Schokoladeindustrie abgeändert in: 28% Fett und 37,2% Lactose bzw. 53,1% Lactose in der fettfreien Milchtrockensubstanz.

a) Zur *Lactosebestimmung* werden 50 cm³ Fehling'scher Lösung in einer mit einem Uhrglas aus Jenaer Glas bedeckten Porzellanschale mit Stiel und Ausguss (Kasserole) von 300 cm³ Inhalt zum Sieden erhitzt, mit 100 cm³ des Filtrates = 1 g Milkschokolade versetzt, nach dem Bedecken wieder zum Sieden erhitzt, 6 Minuten im Sieden erhalten, sofort durch ein Asbeströhrchen filtriert, mehrmals mit heissem Wasser, dann mit Alkohol und zuletzt mit Aether gewaschen, 25 Minuten bei 103—105° getrocknet und gewogen. Aus dem Cuprooxyd wird in der Lactosetabelle die Rohlactose abgelesen.

b) Für die Saccharosebestimmung werden 100 cm³ Filtrat mit 2 cm³ n-Salzsäure versetzt, in ein Gefäss mit kochendem Wasser eingestellt und nach Wiederbeginn des Siedens genau 30 Minuten darin belassen. Nun wird die Lösung abgekühlt, durch Zusatz von 2 cm³ n-Natronlauge neutralisiert und bei Normaltemperatur auf 200 cm³ gebracht. Davon werden 50 cm³ = 0,25 g Milkschokolade in gleicher Weise mit Fehling'scher Lösung in Reaktion gebracht, wie bei der Bestimmung des Milchzuckers, wobei jedoch nur 2 Minuten lang gekocht wird. Aus dem gefundenen Cuprooxyd wird nach der Invertzuckertabelle der Roh-Invertzucker in Prozenten berechnet.

Berechnung. Die Rohlactose wird durch Multiplikation mit 0,625 in Invertzucker umgerechnet und vom Roh-Invertzucker abgezogen. Die Differenz, der Rein-Invertzucker, gibt nach Abzug von 5% den Prozentgehalt an Saccharose an.

Durch Multiplikation des Rein-Invertzuckers mit 0,009 und Subtraktion des Produktes von der Rohlactose wird der Einfluss der Saccharose auf die Reduktion vor der Inversion korrigiert. Ferner wird bei gewöhnlicher Milkschokolade 0,2, bei bitterer Milkschokolade und Rahmschokolade 0,45 abgezogen, um den Einfluss der reduzierenden Substanzen des Kakaos zu korrigieren. Die Differenz ergibt Prozent Lactose.

Zusammenfassung.

Es wird eine Ueberprüfung der gravimetrischen Bestimmung der Lactose und Saccharose in Milkschokolade vorgenommen.

Nachdem der Einfluss der Saccharose und der Kakaomasse auf die Lactose an Hand selbst hergestellter Mischungen bestimmt und die Genauigkeit der Bestimmung beider Zuckerarten festgestellt worden ist, wird die Wirkung der reduzierenden Stoffe der Kakaomasse an Hand von 22 Kakao-massen aus schweizerischen Fabriken festgestellt und das Mittel berechnet.

Es werden 26 Milkschokoladen, deren Gehalt an Lactose oder an Milchtrockensubstanz, in manchen Fällen auch an Saccharose bekannt ist, untersucht, woraus Schlüsse auf die Genauigkeit der Bestimmung, der Berechnung und der Herstellung gezogen werden.

Nachtrag: Gravimetrische Saccharosobestimmung in gewöhnlicher Schokolade.

In den druckfertigen Entwurf des Abschnittes «Kakao und Schokolade» der 4. Auflage des Schweizerischen Lebensmittelbuches ist nur eine polarimetrische Bestimmungsmethode der Saccharose in gewöhnlicher Schokolade aufgenommen worden. Von seiten der Industrie wurde gewünscht, dass auch eine gravimetrische Methode Berücksichtigung finde.

Wollen wir die gravimetrische Zuckerbestimmung auf gewöhnliche Schokolade anwenden, so nehmen wir die Klärung besser mit Bleiessig als mit Cuprisulfat und Natronlauge vor, da, wie erwähnt worden ist, letzteres Klärungsmittel in Abwesenheit von Milcheiweiss nicht so gut wirkt. So fand man beispielsweise bei einer Schokolade mit ca. 60% Zucker und 21% fettfreier Kakaomasse nach der Kupferfällung 0,70, nach der Bleiessigfällung 0,46% Invertzucker vor der Inversion. Als Saccharose berechnet, würde das im letzteren Fall 0,435% ausmachen.

Ein Teil dieses Betrages rührt von der Reduktion der Saccharose her. Er würde bei 6 Minuten langem Kochen, wie wir gesehen haben, für jedes Prozent Saccharose 0,00935% Lactose bzw. 0,0065% Invertzucker oder 0,0062% Saccharose ausmachen. Bei 2 Minuten langem Kochen können wir ihn auf 0,0025% veranschlagen. Auf 60% Zucker würde der Betrag 0,15% ausmachen. Ziehen wir diese 0,15% von den vor der Inversion gefundenen 0,435% ab, so bleiben 0,285% für 21% fettfreie Kakaomasse oder 0,0134% für jedes Prozent. Da aber ausser dem direkt reduzierenden Zucker noch etwas Saccharose im Kakao zugegen ist, erhöhen wir den Betrag auf 0,02% für jedes Prozent fettfreie Kakaomasse.

Unsere Schokolade ergab nach der Inversion 60,50% Saccharose. Nach Abzug von 0,02% für jedes Prozent fettfreie Kakaomasse bleiben 60,08% Saccharose. Die polarimetrische Bestimmung hatte 60,22% ergeben, wobei natürlich eine Fehlergrenze von einigen Zehntelprozenten vorhanden ist.

Es ergibt sich ausschliesslich folgende *Arbeitsvorschrift* zur Saccharosebestimmung in gewöhnlicher Schokolade:

2,5 g Schokolade werden, wie bei Milkschokolade angegeben, mit warmem Wasser behandelt, aber mit 2 cm³ Bleiessig gefällt und auf 250 cm³ verdünnt. Die Bestimmung erfolgt wie bei Milkschokolade.

Zur Berechnung werden vom gefundenen Saccharosegehalt für jedes Prozent fettfreier Kakaomasse 0,02% abgezogen.