

330. beretning fra forsøgslaboratoriet

Udgivet af Statens Husdyrbrugsudvalg

**Bestemmelse af proteinindholdet
i mælk
ved nogle hurtigmetoder**

Ved

*J. O. Andersen, Ingeborg Jacobsen og
J. E. Winther*

With an English Summary



KØBENHAVN

1962

STATENS HUSDYRBRUGSFORSØG

Statens Husdyrbrugsudvalg

Forstander *Johs. Larsen*, Greve, Tåstrup, formand,
gårdejer *S. Grue-Sørensen*, Hjerm,
(valgte af De samvirkende danske Landboforeninger),
konsulent *Henning Rasmussen*, Århus,
husmand *Alfred Richardt*, Ll. Torøje, Fakse,
(valgte af De samvirkende danske Husmandsforeninger),
forstander *L. Lauridsen*, Graasten, næstformand,
(valgt af Det kongelige danske Landhusholdningsselskab),
gårdejer *Verner Andersen*, Gundsøllille, Roskilde,
(valgt af Landsudvalget for Svineavlens Ledelse),
parcellist *Olav Rasmussen*, Frøslev, Store Heddinge,
(valgt af Landsudvalget for Fjerkræavl),
forpagter *J. Filipzen*, Holmegård, Korinth,
(valgt af De samvirkende Kvægavlsforeninger med kunstig sædoverføring).

Udvalgets sekretær: Kontorchef, agronom *H. Ærsøe*.

Landøkonomisk Forsøgslaboratorium

Dyrefysiologisk afdeling

Forstander: professor *P. E. Jakobsen*.
Forsøgsleder: cand. polyt. *I. G. Hansen*,
- lic. agro. *Grete Thorbek*.

Husdyrbrugsafdelingerne

Forsøg med kvæg:

Forstander: -----
Forsøgsleder: agronom *Johs. Brølund Larsen*,
- agronom *E. O. Nielsen*,
- agronom *Preben E. Andersen*,
- agronom *H. Ejlersen Hansen*.

Forsøg med svin, heste og pelsdyr:

Forstander: professor, dr. *Hj. Clausen*.
Forsøgsleder: agronom *Fr. Haagen Petersen*,
- agronom *N. J. Højgaard Olsen*,
- agronom *R. Nørtoft Thomsen*,
- lic. agro. *A. Madsen*,
- agronom *Per Jonsson*.

Forsøg med fjerkræ:

Forstander: lektor, agronom *J. Bælum*.
Forsøgsleder: agronom *Vagn Pedersen*.

Avlsbiologiske forsøg:

Leder: lektor, dr. agro. *J. Nielsen*.

Kemisk afdeling

Forstander: cand. polyt. *J. E. Winther*.
Afdelingsleder: ingeniør *H. C. Beck*,
- mejeribrugskandidat *K. Steen*.

Kontor og sekretariat

Kontorchef: agronom *H. Ærsøe*.
Fuldmægtig: agronom *H. Bundgaard*.
Bogholder: *Sv. Vind-Hansen*.

Udvalgets, forsøgslaboratoriets og afdelingernes adresse er:
Rollighedsvej 25, København V.
Tlf. Luna 1100 (omst.).

330. beretning fra forsøgslaboratoriet.

Udgivet af Statens Husdyrbrugsudvalg.

Bestemmelse af proteinindholdet
i mælk
ved nogle hurtigmetoder

Ved

J. O. Andersen, Ingeborg Jacobsen og

J. E. Winther

With an English Summary



I kommission hos Landhusholdningsselskabets forlag,

Rolighedsvej 26, København V.

Trykt i Frederiksberg Bogtrykkeri

1962

INDHOLDSFORTEGNELSE

Bestemmelse af proteinindholdet i mælk ved nogle hurtigmetoder	5
Analysemetoder	9
Orange G-metoden	12
Kofranyis metode	17
Amidosort-metoden	20
Sammendrag	25
Summary	26
Tidligere udsendte beretninger fra forsøgslaboratoriets kemiske afdeling	27

Bestemmelse af proteinindholdet i mælk ved nogle hurtigmetoder.

J. O. Andersen, Ingeborg Jacobsen og J. E. Winther.

Efter at interessen ude i verden i særdeleshed i Holland var blevet meget stor for bestemmelse af mælkens indhold af protein, optog man også sagen her i landet og satte stærke kræfter ind for om muligt at finde frem til en metode til proteinbestemmelse, som kunne bruges i praksis, og som var hurtig og nøjagtig.

Hidtil havde man kun som virkelig pålidelig metode haft Kjeldahls metode, som jo er alt for langsom og besværlig til at kunne finde anvendelse, når talen som her er om masseundersøgelser.

Det første spørgsmål, man stillede sig, var, om det var nødvendigt med en analytisk metode til proteinbestemmelse, eller om det kunne lade sig gøre at beregne proteinindholdet i mælken ud fra mælkens fedtindhold. Det er imidlertid således, at de formler, man har til beregning af proteinindholdet i mælk ud fra indholdet af fedt, kun gælder, når talen er om blandinger af mælk fra et meget stort antal køer, og ikke når talen er om enkelte besætninger eller om enkelte køer. Der må her regnes med så stor usikkerhed, at man ikke kan bygge på tallene.

Den i 1920'erne her i landet beregnede formel

$$P = 0,447 \cdot f + 1,591$$

kan derfor ikke benyttes.

Man har heller ikke nogen garanti for, at nævnte formel i det store og hele er gældende for mælken i dag. For nærmere at undersøge dette forhold blev der i tiden november 1959 til juli 1960 i de ca. hver 14. dag til afdelingen indsendte mælkeprøver fra holdene på 32 afkomsprøvestationer bestemt såvel indholdet af fedt som indholdet af protein efter Kjeldahls metode. Ud fra disse bestemmelser beregnede man på samme måde, som det var gjort i 1920'erne, en formel.

De nævnte undersøgelser omfattede:

303 prøver mælk fra Rød Dansk Malke race
254 prøver mælk fra Sortbroget Dansk Malke race
og 93 prøver mælk fra Jersey-racen.

De formler, man kom til, var følgende:

For Rød Dansk Malke race $P = 0,543 \cdot f + 1,37$
for Sortbroget Dansk Malke race $P = 0,293 \cdot f + 2,39$
og for Jersey-racen $P = 0,653 \cdot f + 0,15$

Da den gamle formel var beregnet på grundlag af mælk fra både Rød Dansk Malke race og Sortbroget Dansk Malke race, slog man bestemmelserne for disse to racer sammen og fandt da for de 557 prøver følgende formel:

$$P = 0,447 \cdot f + 1,74$$

Denne formel viser, at stiger fedtindholdet 1 pct., stiger proteinindholdet 0,45 pct., altså ganske som tidligere. Forskellen fra 1920'erne er blot den, at proteinindholdet for de 2 racer taget under eet er ca. 0,15 pct. større end dengang.

I tiden november 1960 til maj 1961 fik laboratoriet atter ca. hver 14. dag indsendt mælkeprøver fra afkomsprøvestationer, i alt mælk fra 69 hold fordelt på 30 stationer, og i disse prøver bestemtes såvel fedt- som proteinindholdet. På dette materiale, omfattende 248 prøver af mælk fra Rød Dansk Malke race og 125 prøver fra Sortbroget Dansk Malke race, beregnedes regressionsligningen, og denne fandtes at blive:

$$P = 0,443 \cdot f + 1,71,$$

hvilket altså er nøjagtig den samme, som man fandt året forud.

For Jersey-racen stiller forholdet sig ganske anderledes. Det vil af de resultater, der foreligger fra de 2 års undersøgelser, fremgå, at man her slet ikke kan beregne en formel, der blot nogenlunde passer. Som nævnt ovenfor fandtes for det materiale, man havde undersøgt det første år, formelen:

$$P = 0,653 \cdot f + 0,15,$$

bestemt ud fra 93 mælkeprøver.

152 mælkeprøver er blevet underkastet analyse det følgende år, men her blev resultatet:

$$P = 0,383 \cdot f + 1,96$$

Det må bemærkes, at fedtprocenten i det første års undersøgelser gennemsnitlig lå højere end i det andet års, således var den gennemsnitlige fedtprocent det første år 6,41, medens den det andet år kun var 6,17. Fedtprocenterne det første år svingede mellem 5,20 og 8,25, medens de det andet år lå mellem 5,35 og 7,50.

Der skulle ikke være noget til hinder for at tage alle resultaterne fra de nævnte 2 års undersøgelser af Jersey-mælken under eet og så beregne formelen. Dette er gjort, og man får da:

$$P = 0,413 \cdot f + 1,75$$

At der for alle 3 racers vedkommende er en vis korrelation mellem fedtindhold og proteinindhold i mælken vil fremgå af følgende opstillinger for årene 1959/60 og 1960/61.

I 1959/60 undersøgtes mælk fra 90 hold på afkomsprøvestationerne, nemlig prøver fra 52 hold af Rød Dansk Malakerace, fra 22 hold af Sortbroget Dansk Malakerace og fra 16 hold af Jersey-racen.

Undersøgelserne i 1960/61 omfattede prøver fra 88 hold, hvoraf 51 var Rød Dansk Malakerace, 18 Sortbroget Dansk Malakerace og 19 Jersey-racen.

1959-60.

Rød Dansk Malakerace:

Antal hold	% fedt			% protein		
	lavest	middel	højest	lavest	middel	højest
5	4,23	4,26	4,30	3,62	3,71	3,81
10	4,37	4,42	4,45	3,63	3,75	3,89
11	4,50	4,54	4,60	3,66	3,78	3,93
12	4,61	4,66	4,70	3,81	3,86	3,99
8	4,71	4,75	4,79	3,82	3,92	4,01
4	4,81	4,84	4,87	3,76	3,89	4,00
2	4,91	4,94	4,96	3,89	3,97	4,00

Sortbroget Dansk Malakerace:

Antal hold	% fedt			% protein		
	lavest	middel	højest	lavest	middel	højest
1	—	3,91	—	—	3,38	—
1	—	4,08	—	—	3,56	—
4	4,23	4,26	4,29	3,50	3,57	3,68
2	4,31	4,35	4,39	3,42	3,60	3,77
6	4,41	4,45	4,48	3,61	3,71	3,86
4	4,52	4,53	4,54	3,67	3,72	3,76
4	4,60	4,66	4,70	3,79	3,89	4,01

Jersey-racen:

Antal hold	% fedt			% protein		
	lavest	middel	højest	lavest	middel	højest
1	—	5,61	—	—	4,12	—
2	5,91	5,96	6,01	4,18	4,24	4,29
4	6,23	6,26	6,27	4,15	4,31	4,46
4	6,49	6,55	6,60	4,36	4,45	4,56
3	6,66	6,71	6,80	4,32	4,41	4,47
2	6,82	6,94	7,05	4,43	4,45	4,47

1960-61.

Rød Dansk Malkerace:

Antal hold	% fedt			% protein		
	lavest	middel	højest	lavest	middel	højest
6	4,05	4,18	4,30	3,55	3,64	3,83
8	4,32	4,36	4,39	3,57	3,71	3,81
12	4,41	4,44	4,48	3,49	3,71	3,87
7	4,54	4,57	4,59	3,65	3,74	3,80
10	4,61	4,64	4,67	3,59	3,78	3,93
8	4,72	4,79	4,86	3,78	3,85	4,00

Sortbroget Dansk Malkerace:

Antal hold	% fedt			% protein		
	lavest	middel	højest	lavest	middel	højest
5	4,10	4,19	4,25	3,50	3,61	3,78
5	4,31	4,36	4,40	3,47	3,56	3,73
4	4,43	4,45	4,47	3,55	3,65	3,82
4	4,51	4,55	4,59	3,63	3,72	3,82

Jersey-racen:

Antal hold	% fedt			% protein		
	lavest	middel	højest	lavest	middel	højest
2	5,50	5,52	5,53	3,96	4,06	4,16
3	5,88	5,95	5,99	4,17	4,26	4,32
5	6,03	6,10	6,18	4,29	4,39	4,47
4	6,21	6,22	6,23	4,12	4,24	4,48
5	6,50	6,60	6,72	4,35	4,45	4,55

Det vil af ovenstående opstilling ses, at medens fedtprocenterne i de enkelte intervaller, man har opdelt det foreliggende materiale i, må kunne siges at være praktisk taget ens, så er spredningen, man har inden for proteinprocenterne, påfaldende meget stor. Da proteinbestemmelserne alle er udført efter Kjeldahls metode, er det udelukket, at disse store differenser kan skyldes usikkerhed ved den kemiske analyse.

Ser man på resultaterne for en enkelt af afkomsprøvestationerne, Kalø Hovedgård, på hvilken der i året 1959/60 undersøgtes mælk fra 6 hold, og ordner disse efter stigende fedtprocenter, fås følgende:

Hold	% fedt	% protein
Djurs Buster	4,23	3,81
Himmerbo	4,27	3,68
Rudolf	4,40	3,84
Arne	4,45	3,89
Djurs Gert	4,65	3,96
Top	4,68	3,99

Det ses, at holdet Himmerbo ligger med et i forhold til sin fedtprocent meget lavt indhold af protein i sammenligning med de andre hold. Dette eksempel understreger det foran anførte, at man ikke ud fra fedtprocenten i alle tilfælde med tilstrækkelig nøjagtighed ser sig i stand til med den opstillede formel at beregne proteinindholdet i mælk.

Tilbage var herefter om man kunne finde en analytisk metode, der, hvad nøjagtighed angik, kunne komme på siden af Kjeldahls metode, og som var lettere og hurtigere at arbejde med, end denne var.

Mælkens indhold af tørstof er steget i de sidste 30–40 år, og spørgsmålet er, om man nu også er interesseret i en sådan stigning, ja, måske en yderligere stigning, såfremt man i avlen vil lægge an på et større indhold af protein i mælken, end man har i dag.

Bliver proteinindholdet større, vil som følge af den korrelation, der findes mellem fedt og protein, fedtindholdet og dermed tørstofindholdet blive større i mælken.

Ud fra et økonomisk synspunkt vil det selvfølgelig være af betydning, men om det ud fra et mejeriteknisk synspunkt er det, er jo noget andet. Formålet med at bestemme indholdet af protein i mælken må derfor være at prøve at forene disse to synspunkter og ved bestemmelse af proteinindholdet stræbe efter at få frembragt en mælk med et indhold af fedt og protein, der kan siges at være tilfredsstillende såvel i den ene som i den anden henseende.

Analysemetoder.

Af hurtigmetoder til bestemmelse af mælkens proteinindhold har man forskellige, men spørgsmålet er, hvilken eller hvilke man vil foretrække. Ser man på de ældre metoder, tænker man vel først og fremmest på, om formol-titreringsmetoden vil kunne anvendes. Den direkte titrering kan ikke bruges, når talen er om mælk, hvilket hænger sammen med, at mælkens pH ligger omkring 6–7, og titreringsomslaget med fenolftalein som indikator ligger ved ca. 8,5. Man har derfor, som det vil vides, ved anvendelse af formol-titrering på mælk ændret lidt ved metodikken for derved at gøre syrekaraktæren af proteinstofferne mere gældende.

Sætter man således formalin til mælk, vil syrestyrken, hvad proteinstofferne angår, blive større, altså vil den numeriske værdi af pH falde, og titreringsintervallet med fenolftalein som indikator blive forøget. Her må selvfølgelig tages i betragtning, at man får en del af mælkens øvrige syrer med i det nævnte titreringsinterval.

Thome*) har givet en metode, der i al almindelighed vil være velegnet for mælk. Denne går ud på følgende: 20 ml mælk afpipetteres i en Erlenmeyer-kolbe og tilsættes 6 dråber af en 2 pct. fenolftaleinopløsning. Der titreres med 0,1 normal natriumhydroxidopløsning til samme farve, som

*) Medd. från Statens Mejeriförsök, nr. 20, 1947.

20 ml mælk tilsat 3 dråber 0,1 pct. vandig fuksin-opløsning har. Herefter tilsættes 10 ml 40 pct. formalin, og der titreres med 0,1 normal natriumhydroxid til nævnte røde farve igen er nået. Efter at baseforbruget af 10 ml formalinopløsning i titreringsområdet er trukket fra, har man mælkens formoltiter.

Hvad selve beregningen af proteinindholdet angår, skal man her ikke komme nærmere ind på denne, men henviser f.eks. til Nordisk mejeritidsskrift nr. 12, 1957, hvor Sode-Mogensen har gjort udførligt rede for den.

Bestemmelser i udlandet efter denne metode, formoltitreringen, sammenlignet med de værdier, der er fundet ved Kjeldahls metode i samme mælkeprøver, har vist, at for enkelte køers mælk vil usikkerheden være omkring 7-8 pct. af proteinindholdet og for blandingsmælk omkring 5 pct. i ugunstigste tilfælde.

En anden hurtigmetode til bestemmelse af proteinindholdet i mælk er *Kofranyis* metode. Denne, der blev offentliggjort i 1950*), bygger på den kendsgerning, at der ved benyttelse af en ganske bestemt forskrift vil være proportionalitet mellem indholdet af protein bestemt efter Kjeldahls metode og den mængde ammoniak, der frigøres i mælken, når denne er gjort stærkt alkalisk, og som så direkte kan afdestilleres.

Forudsætningen for benyttelsen af metoden er, at man inden for et ganske bestemt tidsrum afdestillerer den dannede ammoniak og ikke fortsætter ud over den angivne tid, da man så risikerer en mere tilfældig ammoniakdannelse bl.a. ved en dybere hydrolytisk spaltning af kasein.

Fremgangsmåden, der senere nærmere skal beskrives, kræver i øvrigt, at man tager en ganske bestemt mængde mælk i arbejde og benytter et destillationsapparat af ganske bestemt konstruktion og størrelse, da man ellers får frigørelsen af ammoniak til at forløbe anderledes og så får en anden ammoniakfraspaltning.

Metoden kræver en minutvis overvågning af destillationen og af tiden for denne.

Undersøgelser vedrørende nøjagtigheden for denne metode er foretaget af Antila**), der har fundet, at den er den samme for enkelte køers mælk som for leverandørmælk. Antila har således fundet en standardafvigelse på 5 pct. i begge tilfælde.

Foruden disse metoder kunne man også tænke på de adsorptionskolorimetriske metoder. Disse beror på, at proteinstofferne kan binde ioniserede farvestoffer i saltagtig form. En sådan reaktion kan tilrettelægges således, at den forløber kvantitativt. Herved kan man bestemme mængden af den del af stoffet, der bindes, og derved få et udtryk for proteinmængden i opløsningen. Den bundne mængde farvestof fås som differens mellem tilsat farvestof og ikke-bundet farvestof. Dette sidste bestemmes kolorimetrisk.

*) Milchwissenschaft 5, 1950.

**) Mejeritidsskrift för Finlands Svenskbygd, 18, 1956.

En metode, som den her beskrevne, blev udformet i 1956 af Udy*). Det farvestof, han benyttede, var Orange G. Denne metode vil blive omtalt senere i beretningen.

Samme år fremkom Schobers og Hetzel**) med en anden farvestofmetode, ved hvilken der benyttedes Amidosort 10 B. Denne metode, der senere er modificeret af Steinholt***) på Norges Landbrukskøleskole, Ås, skal også omtales nærmere i denne beretning.

Foruden de her nævnte metoder kunne man også tænke sig en refraktometrisk metode, f.eks. den af Hansson i 1954 og 1957****) foreslåede til bestemmelse af kasein i mælk.

Princippet ved denne metode er, at man bestemmer mælkenes brydningstal, efter at man har gjort mælken stærkt alkalisk med natriumhydroxid, og man efter fracentrifugering af fedtet har gjort mælken klart gennemskinnelig. Brydningstallet bestemmes også i det serum, der fås af mælken, efter at kaseinet er udfældet med kobbersulfat og centrifugeret fra. Ved at trække dette sidst fundne brydningstal fra det første og ved benyttelse af visse korrektioner får man et tal, der varierer lineært med kaseinindholdet i mælken. Nøjagtigheden ved denne metode siges at være meget stor. Standardafvigelsen skulle være så lille som ± 1 pct. En ulempe ved metoden ligger dog i, at den kræver en centrifuge, der kan gå med 10 000 omdrejninger pr. minut, og en vandtermostat med pumpeanordning, da brydningstallene skal aflæses ved 20° C.

Vil man vurdere de nævnte metoders anvendelighed, kommer man til følgende resultater.

1. De 2 af hurtigmetoderne, nemlig formoltitreringen og Kofranyis, er titremetriske metoder, de 2 andre, nemlig adsorptionsmetoden og den refraktometriske metode, er af fysik-kemisk og optisk art, og som sådanne er de mere komplicerede end de 2 førstnævnte.
2. Hvad nøjagtigheden angår, da ved man, at formoltitreringsmetoden ved visse lejligheder kan give resultater, der ikke stemmer med Kjeldahl-metoden, hvad der sikkert skyldes, at forholdet mellem de titrerede aminogrupper og det totale proteinindhold ikke altid er konstant.
3. Endvidere har man fundet, at nøjagtigheden, der kan nås ved formoltitreringen, er knap så god som den, der kan opnås ved de andre metoder.
4. Af de beskrevne metoder er formoltitreringsmetoden den eneste, der vil kunne siges at være egnet til brug uden for et analytisk laboratorium, men når så nøjagtigheden ved denne metode er så meget mindre end ved de andre, kan den næppe siges at have nogen mulighed som brugbar metode under de foreliggende omstændigheder.

*) Nature 178, 1956.

**) Milchwissenschaft 4, 1956.

***) Medd. 54 fra Mejeriinstitutet ved Norges Landbrukskøleskole, 1957.

****) Svenska Mejeritidningen 41, 1954 og 19, 1957.

Det bør måske bemærkes, at man i Holland netop af ovenstående fremsatte grund ikke har turdet gå ind for formoltreringsmetoden, men til de første store undersøgelser valgte Kofranyis' metode. Denne sidste har man dog senere forladt til fordel for Amidosort-metoden.

Ved det arbejde, der blev sat i gang på forsøgslaboratoriets kemiske afdeling for at finde frem til en hurtig, men dog nøjagtig metode til proteinbestemmelse i mælk, valgte man at undersøge anvendeligheden af følgende 3 metoder: Orange G-, Kofranyi- og Amidosort-metoden.

Orange G-metoden.

Hvad Orange G-metoden angik, stødte man på så store vanskeligheder, at man hurtigt opgav denne.

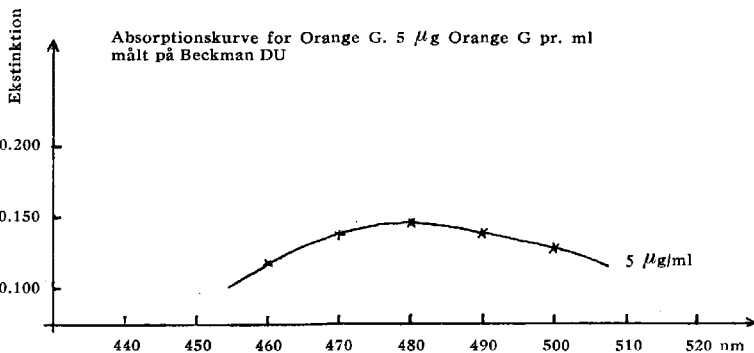
Fremgangsmåden, som er udarbejdet af Udy*), er følgende:

1,5 ml mælk + 25,00 ml Orange G-puffer centrifugeres i 10 min. med en hastighed på 3000 omdrejninger pr. minut. Der filtreres gennem glasfiber-filter, hvorefter 2 ml filtreret centrifugat fortyndes ad 100 ml. Denne opløsning måles på Beckman DU ved en bølgelængde på 480 nanometer (nm)¹⁾.

Orange G-pufferen består af: 1.0000 g Orange G i en opløsning af 16.010 g citronsyre + 1.9793 g sekundært natriumfosfat, ad 1000 ml.

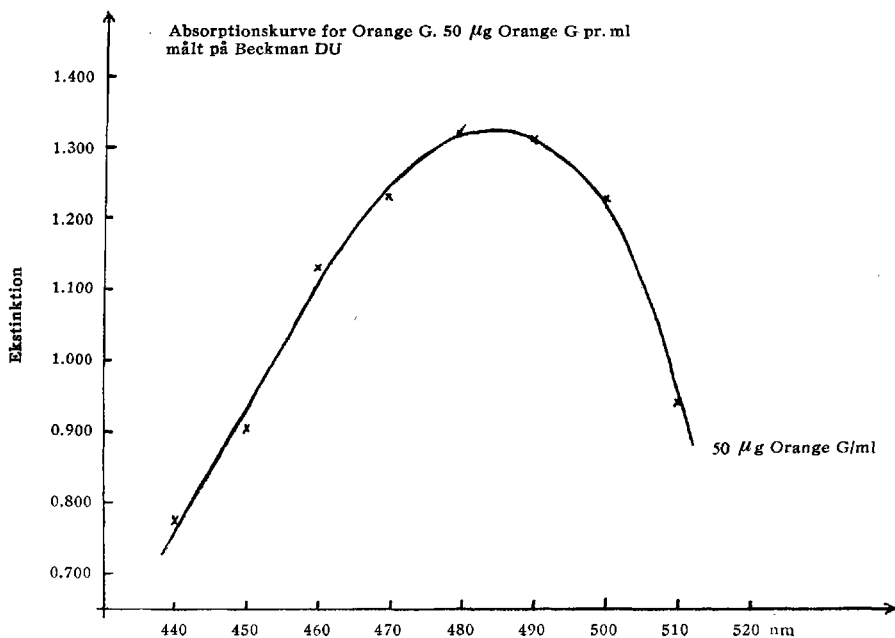
Absorptionskurven for Orange G blev fastlagt ved hjælp af 2 koncentrationer 50 mikrogram og 5 mikrogram Orange G pr. ml, der målttes på Beckman DU ved bølgelængderne:

nm:1)	440	450	460	470	480	490	500	510	520
50 µg/ml	0,775	0,908	1,130	1,255	1,320	1,310	1,250	0,940	0,450
5 µg/ml			0,116	0,138	0,142	0,138	0,131		



*) Nature 178, 1956.

1) nm = 10^{-9} m = 10 Ångströmske enheder.



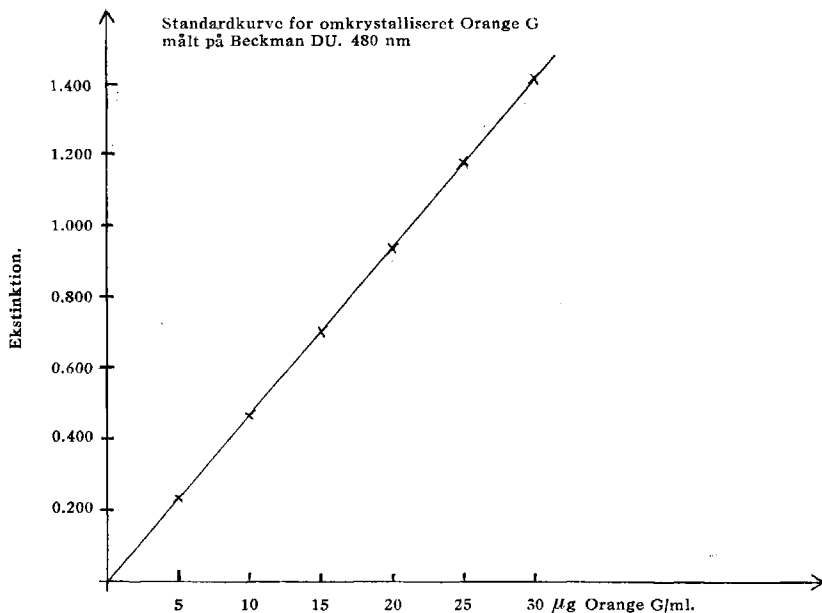
Det vil heraf fremgå, at Orange G, som af Udy angivet, gav størst udslag ved bølgelængden 480 nm.

Standardkurven bestemt for omkrystalliseret Orange G målt på Beckman DU ved 480 nm gav en ret linie som sammenhæng mellem koncentration og optisk tæthed, således som det vil fremgå af hosstående figur og tabel.

Orange G/ml.	Ekstinktion	konc./Ekstinktion
5	0,235	0,213
10	0,466	0,215
15	0,707	0,212
20	0,943	0,212
25	1,182	0,212
30	1,418	0,212

Hvert af de anførte tal er middeltal af målinger udført på fire forskellige opløsninger, indeholdende de anførte mængder omkrystalliseret Orange G.

Ved undersøgelsen af mælk var det ikke muligt at få klare centrifugater, hvilket bevirkede, at man ikke kunne aflæse ekstinktionerne med tilstrækkelig sikkerhed.



Man korresponderede med Udy i Washington og fik at vide, at det under alle omstændigheder var nødvendigt at omkrystallisere det i handelen værende Orange G. Omkrystallisationen skulle foretages således: 1 del Orange G, men aldrig mere end 2 g ad gangen, i 90 dele alkohol + 10 dele vand opvarmes til kogning og filtreres varmt. Filtratet afkøles til $\div 20^{\circ}$ C, hvorefter krystallerne frafiltreres, vaskes 1-2 gange med kold alkohol og tørres ved 80° C.

Samtidig hermed meddelte Udy, at han var ved at udarbejde en anden metode til brug ved bestemmelse af proteinindholdet i mælk, der var bedre end Orange G, men dog ikke at forstå således, at Orange G-metoden ikke var tilfredsstillende. Denne ny metode har man intet som helst hørt eller set til senere.

Selv efter nøje at have fulgt den af Udy givne arbejdsforskrift var det ikke muligt at få tilfredsstillende resultater.

Det blev undersøgt, om filtrering gennem glas-fiber-filter, som Udy benyttede, eller filtrering gennem filterpapir af forskellig slags ved bestemmelse af protein i en mælkeprøve var at foretrække samtidig med, at man benyttede såvel omkrystalliseret som ikke-omkrystalliseret Orange G. Resultaterne, de målte ekstinktioner, vil fremgå af hosstående tabeller:

OmkrySTALLiseret Orange G.

Filter:	glas-fiber-filter	Frisenette 165	Frisenette 607	MunkteLL OOR
Ekstinktion:	0,582	0,558	0,565	0,574
	0,580	0,555	0,580	0,578
gns.:	0,581	0,557	0,573	0,576

Ikke omkrySTALLiseret Orange G.

Filter:	glas-fiber-filter	Frisenette 165	Frisenette 607	MunkteLL OOR
Ekstinktion:	0,252	0,239	0,257	0,251
	0,255	0,241	0,259	0,252
gns.:	0,254	0,240	0,258	0,252

Den påfaldende forskel i ekstinktionerne, man er kommet til ved benyttelse af henholdsvis omkrySTALLiseret og ikke-omkrySTALLiseret Orange G, gav anledning til at undersøge en opløsning indeholdende 5 μ g/ml af omkrySTALLiseret Orange G og en tilsvarende opløsning af ikke-omkrySTALLiseret Orange G og måle disse to opløsnings ekstinktioner. Resultatet heraf var for omkrySTALLiseret Orange G: $E = 0,236$ og for ikke-omkrySTALLiseret Orange G: $E = 0,136$ svarende til kun ca. 58 pct. af styrken for det omkrySTALLiserede.

Følgende forsøg viser, at det ikke var muligt at finde frem til en blot nogenlunde konstant faktor til brug ved omregning af ekstinktionen til protein.

Under anvendelse af omkrySTALLiseret Orange G og glas-fiber-filter undersøgte 18 mælkeprøver stammende fra Trollesminde og Favrhølm. De seks første prøver, analyseret 27. oktober 1959, har givet en faktor til omregning af den målte ekstinktion varierende mellem 9,26 og 10,98, medens man for de næste seks prøver stammende fra Favrhølm og analyseret 31. oktober 1959 har fundet faktorværdier varierende fra 10,37 til 10,85 og for seks prøver fra Trollesminde analyseret 2. november 1959 faktorværdier mellem 10,83 og 11,44.

18 mælkeprøver undersøgt efter Udy's Orange G-metode.

Ko nr.	analyseret	Protein efter Kjeldahl	Ekstinktion blindværdi \rightarrow ekst.	Faktor
57	27/10-59	3,98	0,418	9,53
98	»	3,62	0,391	9,26
189	»	3,46	0,368	9,40
199	»	3,31	0,348	9,50
229	»	3,14	0,305	10,31
336	»	4,39	0,400	10,98
16	31/10-59	3,63	0,344	10,55
64	»	3,63	0,350	10,37
143	»	4,31	0,402	10,72
185	»	3,33	0,307	10,85
187	»	3,79	0,355	10,68
188	»	3,30	0,306	10,78

Ko nr.	analyseret	Protefn efter Kjeldahl	Ekstinktion blindværdi + ekst.	Faktor
57	2/11-59	4,02	0,365	11,44
98	»	3,74	0,335	11,16
189	»	3,43	0,310	11,06
199	»	3,34	0,295	11,32
229	»	3,10	0,280	11,07
336	»	4,68	0,432	10,83

Som det vil fremgå af tabellen, har man end ikke fundet den samme faktor for mælk fra den samme ko udtaget på forskellige dage.

For ko 57 er fundet henholdsvis	9,53	og	11,44
» » 98 » » »	9,26	og	11,16
» » 199 » » »	9,50	og	11,32
» » 229 » » »	10,31	og	11,07
og » » 336 » » »	10,98	og	10,83

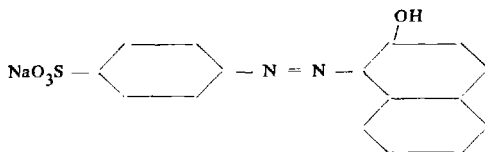
Da Orange G kan fælde andet end protein, kan man måske heri finde årsagen til de besværligheder, man har været ude for ved benyttelsen af Udy's metode.

I øvrigt skal det anføres, at man dårligt nok ved, hvad Orange G som handelsvare er. Ved en given lejlighed fik man her på laboratoriet et tysk præparat, som på signaturen havde haft betegnelsen Orange G, men G var streget over og erstattet med romertal II.

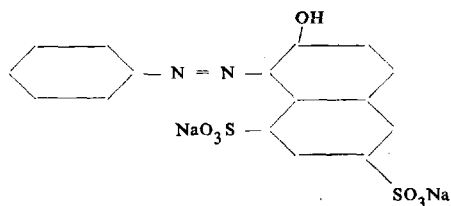
Gennem det danske firma, som havde leveret det, fik man fra det tyske firma at vide, at det pågældende præparat var det under betegnelsen Orange G tidligere forhandlede, men at man for at undgå forveksling for et års tid siden havde forandret betegnelsen til Orange-II.

Hvorledes dette så igen skal forstås må blive ubesvaret, når man fra større kemiske afhandlinger ved, at Orange G er eet og Orange-II noget andet.

I Encyclopædia of Microscopic Stains f.eks. er således angivet, at Orange-II er: $C_{16}H_{11}N_2O_4SNa$, identisk med Tropæolin 000, Nr. 2.



Medens Orange G er: $C_{16}H_{10}N_2O_7S_2Na_2$



I Beilstein: Handbuch der org. Chemie (4. Aufl. 1933) er ligeledes anført ovenstående, men i 2^s Ergänzungswerk 1951 finder man under Orange G følgende fodnote: »über Orange G-marken, die mit Orange-II identisch sind, vgl. Schultz Tab. No. 189, Colour Index no. 151¹⁶«, og her har man altså forvirringen.

Hvad årsagen er til, at man her på laboratoriet ikke har kunnet arbejde med metoden, må forblive ubesvaret. I Sterilitetslaboratoriets årsoversigt for 1959 findes en afhandling af Moustgaard og Neimann-Sørensen, af hvilken det fremgår, at man med stort held har anvendt Udy's metode, om end dog noget modificeret.

Orange G-pufferen er ved sidstnævntes undersøgelser 10 gange så stærk som Udy's egen. Endvidere centrifugeres ikke, men filtreres, og der er benyttet gennemstrømningskuvetter.

Den af Moustgaard anvendte puffer er ca. 1 molær og har et pH på 1,2, medens der i afhandlingen er anført, at pH er ca. 2. Udy's puffer har pH: 2,6.

Laboratoriet har foretaget undersøgelser med begge, men uden gunstigt resultat.

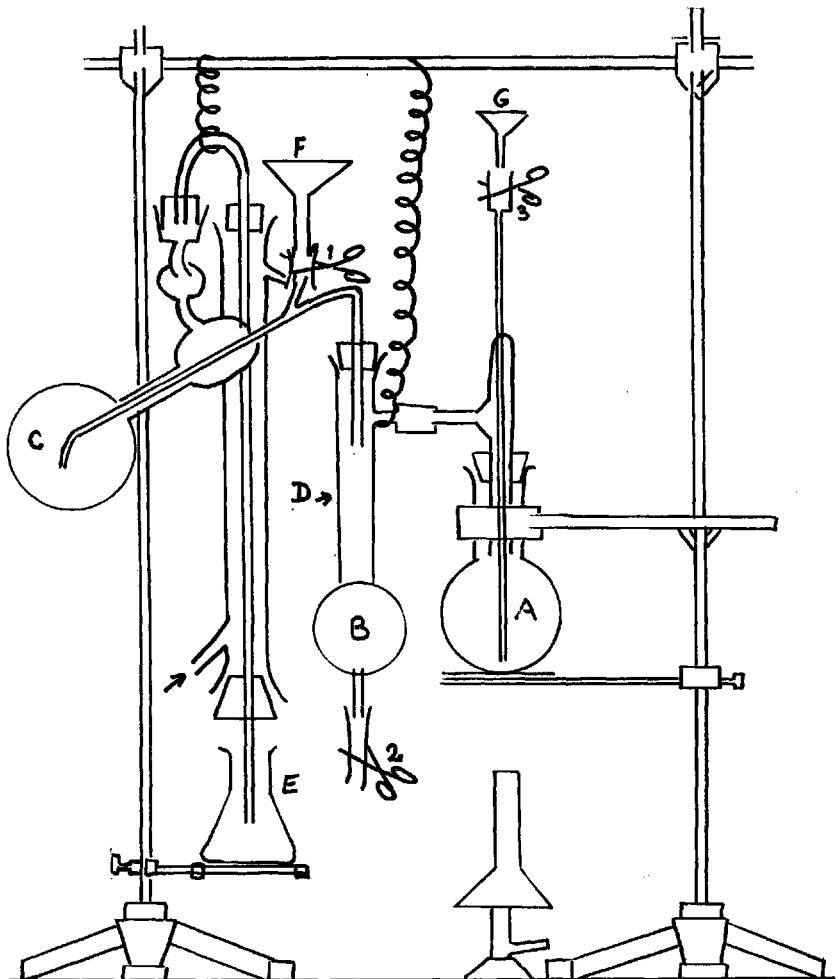
Som allerede nævnt opgav man hurtigt at arbejde med Orange G-metoden og nøjedes med at undersøge muligheden for at kunne bruge en af de 2 andre eller begge disse.

Kofranyis metode.*)

Hvad Kofranyis metode angår, da benyttes det i fig. 1 viste apparatur, og fremgangsmåden er følgende:

1. Apparatet udkoges i 5 minutter før brugen under stærk gennemstrømning af kølevandet; de fem minutter regnes fra den første dråbe er overdestilleret.
2. Der affipetteres 25 ml n/40 svovlsyre i en 200 ml Erlenmeyerkolbe E og tilsættes 5 dråber indikator. Erlenmeyerkolben anbringes således, at udløbet af svalerøret er dyppet ned under vædskeoverfladen.
3. Med klemhane 1 stående åben affipetteres 10 ml mælk i tragten F.
4. I samme tragt affipetteres 10 ml 10 n natronlud og 10 ml bariumkloridopløsning (100 g BaCl₂·2H₂O ad 1 l), hvormed tragten samtidig bliver skyllet efter. Der skylles ikke efter med vand.
5. Klemhanerne 1 og 2 lukkes, og vandet i kolbe A bringes til kogning; der skal lukkes godt op for kølevandet. Kolbe C's indhold bringes til kogning af den gennemstrømmende damp. Fra det øjeblik den første dråbe løber ud af svalerøret beregnes tiden for destillationen.
6. Der destilleres i 8 minutter, idet man passer på, at dampstrømmen i

*) Milchwissenschaft 5, 1950.



Kofranyis apparat

- kolbe C ikke bliver for stærk. Væsken må på ingen måde sprøjte over i svalerøret eller skumme over, da bestemmelsen i så fald må kasseres. Uden afbrydelse af opvarmningen af kolbe A sænkes Erlenmeyerkolben efter de 8 minutters forløb så meget, at udløbet af svalerøret er over vædskeoverfladen. Herefter destilleres videre i 2 min.
7. Efter afslutningen af destillationen afsprøjtes det nederste af svalerøret med nogle få ml destilleret vand, flammen under kolbe A fjernes, og forlagskolben E sættes til side.

Nu må alle tre klemhaner være lukkede. På grund af det opståede afkølingsvakuum bliver væsken i kolbe C suget over i kolbe B. Gen-

nem tragt F fyldes en gang efter med vand for at rense kolbe C. Hvis sugeeffekten lader vente på sig, kan man afkøle kolbe A yderligere. Vædsken i kolbe B tømmes ud ved at åbne klemhane 2.

8. Indholdet af kolbe E titreres med $n/40$ natron, indtil det fra rødviolet bliver farveløst, og yderligere 1 eller 2 dråber giver en svag grøn farve, og titreringen er tilendebragt. Der aflæses med en nøjagtighed på $1/100$ ml.
9. De af den overdestillerede ammoniak forbrugte ml $n/40$ svovlsyre multipliceret med en faktor giver den undersøgte mælks indhold af protein. Denne faktor beregnes ud fra et større antal bestemmelser udført såvel efter Kofranyis som efter Kjeldahls metode i samme mælkeprøve, og er forholdet mellem proteinindholdet fundet ved Kjeldahls metode og den forbrugte mængde $1/40$ n svovlsyre.
10. Efter der er udført 10–20 bestemmelser renses kolbe C for bundfald. Der tilsættes koncentreret saltsyre gennem tragt F, og der tilledes damp ved opvarmning af kolbe A. Den varme koncentrerede saltsyre opløser bundfaldet af fedtsure baryumsalte. Efter fjernelsen af saltsyren uddampes apparaturet grundigt.

På et materiale af sammenlignende bestemmelser mellem metoden og Kjeldahls metode på 76 prøver mælk fra køer af Rød Dansk Malkerace, på 100 prøver af Sortbroget Dansk Malkerace og på 92 prøver af Jersey-racen har der vist sig at være en overordentlig stor korrelation de 2 metoder imellem. Korrelationskoefficienterne er således fundet at være over 0,999 for hver enkelt af de 3 racer.

Beregnes ud fra de mindste kvadraters metode en ligning til bestemmelse af proteinindholdet ud fra titreringstallet for hver af de 3 racer fås følgende ligninger:

For Rød Dansk Malkerace:	$P = 0,205 \times t \div 0,05$
for Sortbroget Dansk Malkerace:	$P = 0,195 \times t + 0,15$
for Jersey-racen:	$P = 0,198 \times t + 0,14$

hvor P = protein og t = ml forbrugt $n/40$ svovlsyre ved titreringen.

Da der ikke ses at være nogen statistisk sikker forskel på de 3 anførte ligninger, har man regnet bestemmelserne for alle 3 racer sammen under eet og fået:

$$P = 0,201 \times t + 0,05$$

Vil man, ligesom hollænderne har gjort det, nøjes med en enkelt faktor, vil man uden at begå nogen større fejl kunne regne med, at proteinindholdet er lig med $0,204 \times t$, hvor t ligesom i de ovenfor anførte ligninger er forbrugt ml $1/40$ n svovlsyre ved titreringen.

På et materiale af 268 mælkeprøver er usikkerheden på enkeltbestemmelsen af t beregnet og fundet at svare til ca. 1,0 pct. relativ.

For faktoren 0,204, der er beregnet ud fra 268 bestemmelser, er middelfejlen fundet at være 0,0004.

Amidosort-metoden.

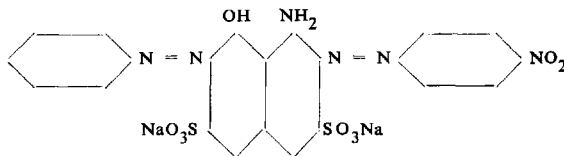
Den tredje af de metoder, man prøvede, var Amidosort-metoden.

Fremgangsmåden var den, der var blevet udarbejdet på Norges Landbrukskøleskole, Ås*), nemlig følgende:

15 ml mælk fortyndes med dest. vand til 200 ml. Til 10 ml af denne fortynding sættes 20 ml Amidosort 10 B opløsning. Denne består af 0,6165 g Amidosort opløst i 1 liter pufferopløsning fremstillet af 1,9793 g dinatriumhydrogenfosfat og 16,010 g citronsyre ad 1 liter. Efter henstand i 10 min. centrifugeres prøven i 10 min. i centrifuge med omløbstal 3000 pr. minut. 5 ml af centrifugatet fortyndes til 200 ml. Ekstinktionen måles derpå i Beckman spektrofotometer ved bølglængde 612,5 nanometer. Som blindprøve benyttes vand.

Da proteinindholdet i Jersey-mælken er så stort, som det er, har man, for at være sikker på at have Amidosort nok i overskud for denne mælks vedkommende anvendt 10,77 ml mælk i stedet for de 15 ml, som er anvendt for mælk fra Rød Dansk Malke race og fra Sortbroget Dansk Malke race.

Amidosort 10 B für Elektrophorese har følgende kemiske formel:



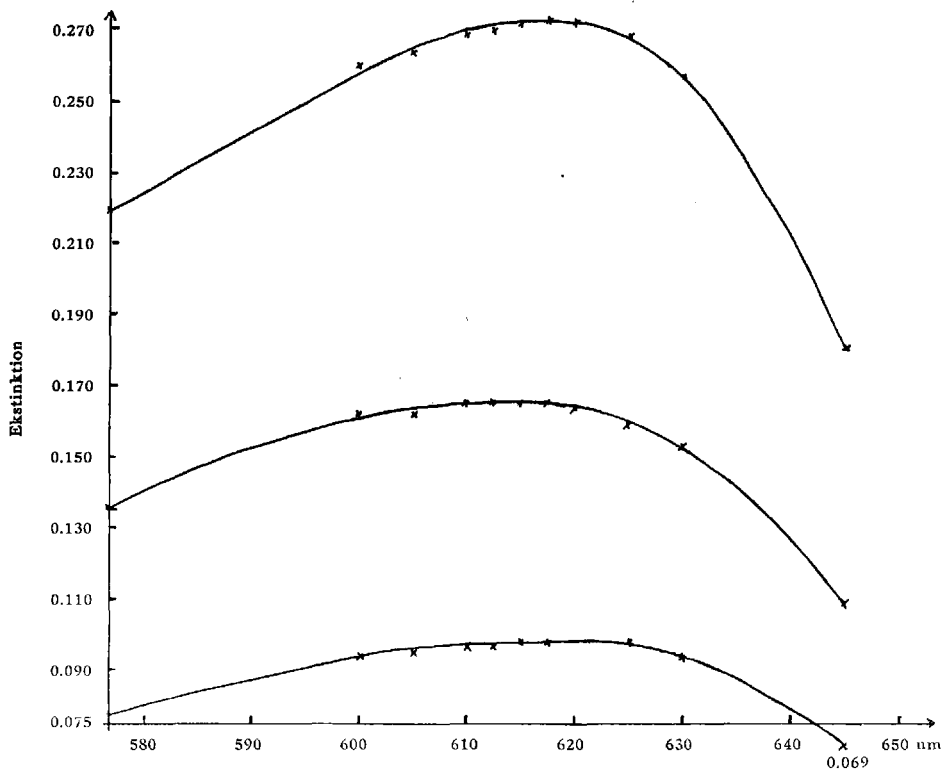
Maksimal absorption for forbindelsen fandtes som opgivet af Steinholt at ligge ved bølglængden 612,5 nanometer, hvilket tydeligt vil ses af hestående kurver. Målingerne er foretaget på såvel Beckman- som Coleman-spektrofotometre.

Det indkøbte farvestof undersøgte for alle tilfældes skyld for homogenitet og fandtes fuldt ud tilfredsstillende i enhver henseende, hvilket vil fremgå af følgende forsøg, der foretoges 3 gange.

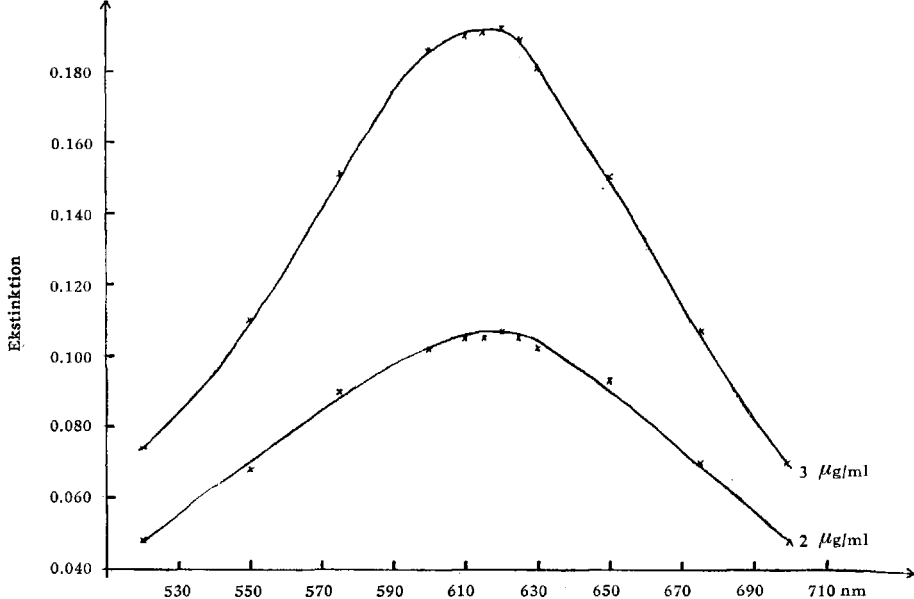
0,1000 g Amidosort opløstes ad 100 ml i en 100 ml målekolbe og heraf udtoges 5 × 0,5 ml, der fortyndedes ad 100 ml i hver sin målekolbe, hvorefter ekstinktionen af disse 5 opløsninger målte på Beckman-spektrofotometer.

*) Medd. 55 fra Mejeri-instituttet ved Norges Landbrukskøleskole (1957).

Absorptionskurve for amido-sort. Målt på Bechman DU.



Absorptionskurve for amido-sort, målt på Coleman.



Alle de tre gange forsøget udførtes, anvendte man de samme målekolber og den samme 5 ml pipette. Resultaterne blev:

	1. gang	2. gang	3. gang
Ekstinktion	0,388	0,392	0,393
	0,386	0,392	0,393
	0,383	0,392	0,393
	0,393	0,381	0,385
	0,385	0,387	0,393
gns.	0,387	0,389	0,391

Standardkurven bestemt for stoffet målt på Beckman gav en ret linie som sammenhæng mellem koncentration og optisk tæthed, således som det vil fremgå af hosstående figur og tabel.

Standardopløsninger i koncentration 1 til 10 mg pr. μ l målt på Beckman ved bølgelængde 612,5 nanometer:

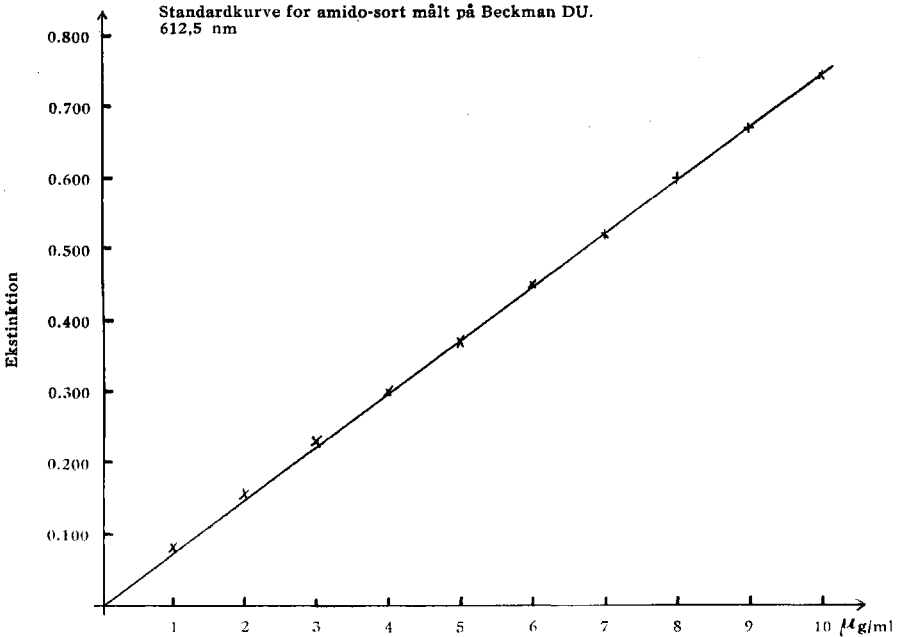
μ g/ml	Ekstinktion	
1	0,077	Hver af de anførte tal er middeltal af målinger udført på 5 forskellige opløsninger indeholdende de anførte mængder af Amidosort.
2	0,153	
3	0,233	
4	0,301	
5	0,372	
6	0,448	
7	0,520	
8	0,599	
9	0,672	
10	0,743	

Der er udført sammenlignende bestemmelser efter Amidosort-metoden og efter Kjeldahls metode med mælk fra alle tre racer.

På et materiale på 79 prøver mælk fra Rød Dansk Malke race, 89 prøver fra Sortbroget Dansk Malke race og 75 prøver fra Jersey-racen er på tilsvarende måde som for Kofranis metode beregnet korrelationen mellem de 2 metoder. Der er her fundet korrelationen 0,98, 0,98 og 0,97 for henholdsvis den ene, den anden og den tredje race.

Regressionsligningerne er beregnet først for prøver stammende fra staldfodring, hvorved fandtes følgende:

For Rød Dansk Malke race:	$P = 6,29 e + 0,09$ (79 prøver)
for Sortbroget Dansk Malke race:	$P = 6,62 e + 0,11$ (65 prøver)
for Jersey-racen:	$P = 8,29 e + 0,22$ (68 prøver)



derneft for prøver stammende fra de samme hold på græs, hvorved fandtes:

For Rød Dansk Malke race: $P = 6,32 e + 0,12$ (147 prøver)
 for Sortbroget Dansk Malke race: $P = 6,52 e \div 0,02$ (61 prøver)
 for Jersey-racen: $P = 7,53 e + 0,62$ (29 prøver)

Som det vil kunne ses, giver hver af disse ligninger race for race så nær det samme resultat, og man har derfor taget alle prøverne for hver enkelt race under eet, og får da:

For Rød Dansk Malke race: $P = 6,86 e \div 0,21$ (226 prøver)
 for Sortbroget Dansk Malke race: $P = 6,75 e \div 0,17$ (126 prøver)
 for Jersey-racen: $P = 8,05 e + 0,35$ (97 prøver)

Uden at begå nogen fejl ville man også kunne tage Rød Dansk Malke race og Sortbroget Dansk Malke race under eet, hvorved man får følgende:

For staldfodringsperioden: $P = 6,59 e \div 0,09$ (144 prøver)
 for græsningsperioden: $P = 6,60 e \div 0,05$ (208 prøver)

og for staldfodringsperioden og græsningsperioden under eet:

$P = 6,97 e \div 0,28$ (352 prøver)

På et materiale af 226 mælkeprøver har man beregnet usikkerheden på enkeltbestemmelsen af ekstinktionen og fundet denne at være 0,0026 svarende til ca. 0,5 pct. relativ.

Vil man regne med en enkelt faktor i stedet for med ligningen, hvad der efter det foreliggende materiale ikke vil være noget i vejen for, fås følgende:

For Rød Dansk Malke race: $P = 6,50 e$

for Sortbroget Dansk Malke race: $P = 6,45 e$

og for Rød Dansk Malke race + Sortbroget Dansk Malke race: $P = 6,48 e$.

Denne sidste faktor, 6,48, der er beregnet ud fra et materiale på 226 mælkeprøver fra Rød Dansk Malke race og 126 prøver fra Sortbroget Dansk Malke race, har man fundet en usikkerhed for på 0,006 eller ca. 0,1 pct. relativ.

Som allerede nævnt er enkeltbestemmelserne af e (ekstinktionen) be-
 hæftet med en usikkerhed på ca. 0,5 pct. relativ.

Hvilken forskel i de beregnede proteinprocenter ud fra ovenstående lig-
 ninger og faktorer, man vil få, kan ses af følgende:

	Ekstinktion:	0.500	0.550	0.600	0.650	antal analyser
Rød Dansk Malke race	$P = 6,29 e + 0,09$	3,24	3,55	3,86	4,18	79
	$P = 6,32 e + 0,12$	3,28	3,60	3,90	4,23	147
	$P = 6,86 e \div 0,21$	3,21	3,56	3,91	4,25	226
	$P = 6,50 e$	3,25	3,58	3,90	4,23	226
Sortbroget Dansk Malke race	$P = 6,62 e \div 0,11$	3,20	3,53	3,86	4,19	65
	$P = 6,52 e \div 0,02$	3,24	3,57	3,89	4,22	61
	$P = 6,75 e \div 0,17$	3,21	3,54	3,88	4,22	126
	$P = 6,45 e$	3,23	3,55	3,87	4,19	126
Begge racer under eet	$P = 6,59 e \div 0,09$	3,21	3,53	3,86	4,19	144
	$P = 6,60 e \div 0,05$	3,25	3,58	3,91	4,24	208
	$P = 6,97 e \div 0,28$	3,21	3,55	3,90	4,25	352
	$P = 6,48 e$	3,24	3,56	3,89	4,21	352

For Jersey-holdene fås, når man tager staldfodrings- og græsningsperi-
 oden under eet, følgende:

$P = 8,05 e + 0,35$

Beregnes en faktor på tilsvarende måde som for de 2 andre racer, bliver denne 8,75. Det må erindres, at mælkemængden ved bestemmelsen her er en anden end ved mælken fra de andre racer.

Hvorledes de enkelte udtryk for Jersey-racen stemmer overens fremgår af hosstående:

	Ekstinktion:	0.450	0.500	0.550	antal analyser
Jersey- racen	P = 8,29 e + 0,22	3,95	4,37	4,78	68
	P = 7,53 e + 0,62	4,01	4,39	4,76	29
	P = 8,05 e + 0,35	3,97	4,38	4,78	97
	P = 8,75 e	3,94	4,38	4,81	97

Efter de på kemisk afdeling foretagne undersøgelser, ved hvilke proteinindholdet i mælk foruden at være bestemt efter Kjeldahls metode dels er blevet bestemt efter Kofranyis metode dels efter Amidosort-metoden, har det vist sig, at begge de sidstnævnte metoder i det store og hele giver tilfredsstillende resultater.

Den af metoderne, der vil være at foretrække ved masseundersøgelser, må dog efter det foreliggende være Amidosort-metoden. Selv om man ved at have tilstrækkelig mange apparater til rådighed til at kunne udføre proteinbestemmelserne efter Kofranyis metode, må denne dog trods alt anses for mere krævende end Amidosort-metoden.

Det bør dog til sidst anføres, at man ikke mener, at nogen af de afprøvede metoder kan finde anvendelse uden for et analytisk laboratorium.

Sammendrag.

Efter at interessen er blevet meget stor for bestemmelse af proteinindholdet i mælk, har man taget denne sag op.

Man har undersøgt, om man kunne beregne proteinindholdet ud fra fedtprocenten, men er kommet til, at dette er for usikkert. Det kan dog i det store og hele siges, at proteinindholdet = $0,445 \times \text{fedtindholdet} + 1,72$. Proteinindholdet i mælk fra Rød Dansk Malke race og Sortbroget Dansk Malke race er i dag 0,15 højere end for 30-40 år siden.

Da den eneste hidtil værende metode, der gav helt nøjagtige resultater ved bestemmelse af protein i mælk, Kjeldahls metode, er alt for tidskrævende, ønskede man at finde frem til en hurtigmetode, om hvilken man kunne sige, at den, hvad nøjagtighed angik, kom på siden af Kjeldahls.

De metoder, man prøvede, var Kofranyis metode, Orange G-metoden og Amidosort-metoden.

Resultatet af undersøgelserne er blevet, at man mener, at såvel Kofranyis metode som Amidosort-metoden er meget anvendelige og praktisk taget giver samme nøjagtighed.

For Orange G-metodens vedkommende har det ikke været muligt at finde frem til en faktor til beregning af proteinindholdet i mælk ud fra den ved metoden målte ekstinktion.

Amidosort-metoden må vel nok alligevel siges at være den af metoderne, der er lettest at have med at gøre.

Man mener dog, at de omtalte hurtigmetoder kun kan finde anvendelse i et virkeligt analytisk laboratorium.

Summary.

In consequence of a steadily increasing interest for the determination of the contents of protein in milk this question has been taken up for treatment.

The possibility of calculating the contents of protein on the basis of the per cent of fat has been investigated, but it was found to be unreliable. However, as an approximation it may be said that: contents of protein = $0.445 \times$ contents of fat + 1,72.

To day the contents of protein in milk from Red Danish Milk Breed and from Black and White Danish Milk Breed are 0.15 higher than 30-40 years ago. As the Kjeldahl-method, till now the only method used which gave entirely accurate results in determination of protein in milk, requires too much time, it was desirable to find a quick method, which might equal the Kjeldahl method in accuracy.

The methods investigated were: Kofranyi's method, the Orange G-method, and the Amido-black-method.

As a result of the investigations, it is concluded that Kofranyi's method as well as the Amido-black-method are very applicable and almost equally accurate, but as to the Orange G-method it has not been possible to find a constant factor for calculating the contents of protein in a sample of milk from the measured extinction.

The Amido-black-method is the method which is easiest to handle.

It is believed, however, that the quick methods which have been discussed can only find application in an analytical laboratory.

Tidligere udsendte beretninger fra forsøgslaboratoriets kemiske afdeling.

Mejeriforsøg*).

1) Centrifuger m.m.

1883. 1. ber. a. Kraftforbrug ved Burmeister & Wains lille og de Lavals Centrifuger. b. Skumningsforsøg med de samme Centrifuger. c. Almindelige Bemærkninger om Centrifuger. d. Anvendelse af skummet Mælk til Foder for Kalve og Svin. (Udsolgt).
1883. 2. - a. Fodring af Kalve og Grise med skummet Mælk fra Centrifuge og Bøtter. b. Holdbarhed af centrifugeret og ikke-centrifugeret Mælk. c. Forøgelse af centrifugeret Mælks Holdbarhed ved Opvarmning. (Udsolgt).
1885. 3. - A. Is, Bøtter og Centrifuge. Tandrup, Ravnholt, Lustrupholm og Ladelundgaard. B. Bøtter og forskellige Slags Fade. C. Smørudbytte Morgen og Aften. (Udsolgt).
1910. 70. - Sammenlignende Forsøg med Centrifuger. (Udsolgt).
1910. 71. - Aktieselskabet Titans nye Centrifuge. (50 øre).

2) Fløde og Smør.

1886. 8. ber. Afkøling af Smør. (50 øre).
1890. 18. - Nogle Undersøgelser over Flødens Syrning. (Udsolgt).
1895. 32. - Syrningsforsøg. (50 øre).
1896. 36. - Undersøgelser over Konsistensfejl hos Smørret samt over Smørrets og Mælkekuglernes Bygning. (Udsolgt).
1901. 48. - Smørudbyttet ved Fremstilling af vasket fersk Smør i Sammenligning med alm. salt Smør samt Forsøg over, hvilken Indflydelse Udluftningen af den søde Mælk har paa Smørrets Finhed og Holdbarhed. (50 øre).
1905. 57. - Udluftning af Fløde med Ulanders Mælkerenser. Disbrowkærnen. (Udsolgt).
1918. 101. - Forsøg med kombinerede Kærner. A. Kærnenes Fyldningsgrad. B. Renkærningstallet. (50 øre).
1919. 102. - Fortsatte Undersøgelser over Fremstillingen af Syrevækkere. (1 kr.).
1921. 106. - Ostedurt Smør. Den stærke Skylnings Indflydelse paa Smørrets kemiske Sammensætning og Kvalitet. (Udsolgt).
1926. 120. - Kombinerede Kærner: Kærningstemperaturens og Flødefedmens Indflydelse paa Renkærningen m.m. (50 øre).

3) Ost.

1886. 7. ber. To Ostedstillingsforsøg med Ost af skummet Mælk fra Is- og Centrifugemælkerier. (Udsolgt).
1907. 61. - A. Forsøg med Ostning af pasteuriseret Mælk. (1 kr.).
1910. 69. - Forsøg med Paraffineret Ost. (Udsolgt).
1914. 86. - A. Ostning af Mælk af forskellig Fedme. B. Ostedagens Udvikling i Danmark. C. Forsøg med »Universalpasteuren«. D. Tabeller over Smørudbyttet af Mælk og Fløde. (50 øre).
1919. 103. - A. Ostning af raa, af momentant pasteuriseret og af langtidspasteuriseret Mælk. B. Ostens Svindforhold. C. Dobbeltanalyser. (1 kr.).

4) Pasteurisering.

1891. 22. ber. Pasteurisering af sød Mælk og Fløde samt Anvendelse af god Syre som Middel til Bekæmpelse af forskellige Mælke- og Smørfejl. Holdbarhedsforsøg med pasteuriseret Mælk. (1 kr.).
1895. 35. - Et selvregulerende Pasteuriseringsapparat. (50 øre).
1899. 43. - Forsøg med Pasteuriseringsapparater. (1 kr.).
1900. 47. - Forsøg med Pasteuriseringsapparater (fortsat). (1 kr.).
1910. 71. - Opvarmning af sød Mælk og Fløde til 120 à 130° C. (50 øre).

*) Ved forsøgsmejeriets oprettelse i 1923 overgik de egentlige mejeriforsøg til dette.

Kemiske undersøgelser.

1883. Tillæg til 1. ber. a) Kemisk Sammensætning af nymalket Mælk og skummet Mælk, Kærnemælk og Valle. b) Vanskelighed med at faa Mælk. c) Mælkenæringsværdi. (Udsolgt).
1885. 4. ber. Kemisk Undersøgelse af Mælken fra Køer med Yvertuberkulose. (Udsolgt).
1885. 6. — Foreløbige Forsøg over Fedmen af og Kontrol med den til Fællesmejerier leverede Mælk. (Udsolgt).
1895. 31. — Apparater til hurtig Fedtbestemmelse i Mælk (Babcock's, Gerber's og Lindstrøm's). (50 øre).
1898. 40. — En kemisk Prøve til at afgøre, om Mælk eller Fløde har været opvarmet til mindst 80° C. eller ikke. (Udsolgt).
1898. 41. — Sammenlignende Undersøgelser af forskellige Apparaters Anvendelighed til Kontrollering af Mælkens Fedme. (1 kr.).
1900. 46. — Smørfedtets Lysbrydningsevne, Jodtal og Indhold af flygtige Syrer. (1 kr.).
1905. 56. — Forskellige Metoder til Fedtbestemmelse i Mælk. Mælkens Rensking ved forskellig Temperatur. (50 øre).
1905. 58. — Den kemiske Analyse af Foderstoffer og dens Forhold til Fodringsforsøgene. (Udsolgt).
1907. 61. — Metoder til Fedtbestemmelse i Mælk. (1 kr.).
1907. 62. — Bestemmelse af Vandindholdet i Smør. (Udsolgt).
1913. 83. — Om Kød- og Benmælsfodringens Indflydelse paa Knoglesystemets kemiske Beskaffenhed. (50 øre).
1918. 101. — Den fedtfri Mælkevædskes Sammensætning. (50 øre).
1920. 105. — Undersøgelser vedr. Høybergs Metode til Bestemmelse af Fedt i Mælk og Fløde. (50 øre).
1923. 113. — A. Den danske Komælks gennemsnitlige Sammensætning. B. Bestemmelse af Fedt i Mælk. C. Om Kvælstofbestemmelser. (Udsolgt).
1924. 115. — Ostekontrollforsøg. Bestemmelse af Fedt og Tørstof i Ost. (Udsolgt).
1924. 116. — Om Gerbers Metode til Bestemmelse af Fedt i Mælk. (Udsolgt).
1925. 118. ber. Sammensætningen af dansk Smør og nogle Metoder til Undersøgelse af Smørret. (50 øre).
1934. 155. — Fordøjelighedsforsøg med Malkekøer. I. Nogle Fodermidlers Fordøjelighed bestemt ved Forsøg med Grupper af Malkekøer. II. Om Bestemmelse af Proteinstoffernes Fordøjelighed gennem Dyreforsøg og ved Hjælp af Pepsin-Saltsyre. III. Om Bestemmelse af Fordøjelighed ved Edins saakaldte »Ledkropp«s Metode. (3 kr.).
1938. 177. — Forsøg med Lupin som Foder til Malkekøer. III. Bestemmelse af Alkaloidindholdet i Lupin. (75 øre).
1944. 208. — Undersøgelser over dansk Smørfedt. (1 kr.).
1944. 210. — Om Fosfataseprøven. (75 øre).
1948. 231. — Fordøjelighedsforsøg med Roer, Græsmarksafgrøder m.m. (1,50 kr.).
1950. 250. — Fordøjelighedsforsøg med lucerne, lucernegrønmelet og lucernehømelet. (2 kr.).
1956. 287. — Nyere undersøgelser over kendingstal for dansk smørfedt. (3,50 kr.).
1957. 298. — Fordøjelighedsforsøg med majsensilage, roetop, roetopensilage, bomuldsfrøskager, bomuldsfrøskrå, kokoskager og kokoskrå, sheakager, hørfrø, majsommel, hør m.m. (2,50 kr.).
1962. 330. — Bestemmelse af proteinindholdet i mælk ved nogle hurtigmetoder. (3,00 kr.).