

Vergleich einzelner Fett- Bestimmungsmethoden = Comparison of different fat determination methods

Autor(en): **Ramseier, C.**

Objektyp: **Article**

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

Band (Jahr): **84 (1993)**

Heft 3

PDF erstellt am: **09.08.2024**

Persistenter Link: <https://doi.org/10.5169/seals-982138>

Nutzungsbedingungen

Die ETH-Bibliothek ist Anbieterin der digitalisierten Zeitschriften. Sie besitzt keine Urheberrechte an den Inhalten der Zeitschriften. Die Rechte liegen in der Regel bei den Herausgebern. Die auf der Plattform e-periodica veröffentlichten Dokumente stehen für nicht-kommerzielle Zwecke in Lehre und Forschung sowie für die private Nutzung frei zur Verfügung. Einzelne Dateien oder Ausdrucke aus diesem Angebot können zusammen mit diesen Nutzungsbedingungen und den korrekten Herkunftsbezeichnungen weitergegeben werden. Das Veröffentlichen von Bildern in Print- und Online-Publikationen ist nur mit vorheriger Genehmigung der Rechteinhaber erlaubt. Die systematische Speicherung von Teilen des elektronischen Angebots auf anderen Servern bedarf ebenfalls des schriftlichen Einverständnisses der Rechteinhaber.

Haftungsausschluss

Alle Angaben erfolgen ohne Gewähr für Vollständigkeit oder Richtigkeit. Es wird keine Haftung übernommen für Schäden durch die Verwendung von Informationen aus diesem Online-Angebot oder durch das Fehlen von Informationen. Dies gilt auch für Inhalte Dritter, die über dieses Angebot zugänglich sind.

Vergleich einzelner Fett-Bestimmungsmethoden

Comparison of Different Fat Determination Methods

C. Ramseier

Kantonales Laboratorium Basel-Stadt, Basel

Einleitung

Ausgangslage

Ausschlaggebend für die vorliegende Publikation war die im Kantonalen Laboratorium Basel-Stadt durchgeführte Mayonnaise- und Salatsaucen-Kampagne (1). Je nach Analysenmethode wurden in den Proben stark unterschiedliche Resultate erhalten. Obwohl die Säureaufschlussmethode als «die Standardmethode» der Fettbestimmung gilt (2), ergab sie in diesem Fall offensichtlich falsche Ergebnisse (siehe Tabelle 1). Richtige Resultate hingegen lieferte die MIT-Methode (3), welche auf der Extraktion des Fettes mit einem Chloroform-Methanol-Gemisch basiert. Eine abgeänderte Form der MIT-Methode, die einen zusätzlichen Schritt enthält, wodurch Stärke – welche das Fett umschliessen kann und für die Bestimmung unzugänglich macht – enzymatisch abgebaut wird, ist schon publiziert worden (4). Auch ein Ringversuch wurde in den USA durchgeführt und die Resultate schienen überzeugend (5).

Ziel

Durch den Vergleich von Analysenresultaten der verschiedenen offiziellen Fettbestimmungsmethoden mit denjenigen der Methanol-Chloroform-Extraktion mit enzymatischem Abbau der Stärke soll gezeigt werden, dass letztere Methode bei fast allen untersuchten Lebensmitteln durchaus zuverlässige Resultate liefert, was eben die anderen zitierten Methoden nicht bei allen Nahrungsmittelkategorien vermögen.

Table 1. Fettgehalte in Mayonnaisen und Salatsaucen mit verschiedenen Analysen-Methoden

Probe	Gesamtfett LMB 22/4.1 %	Gesamtlipoide LMB 8A/02 %	Fettextrakt nach (3) %
Mayonnaise	17,7	43,1	82,8
Mayonnaise	19,5	44,5	82,8
Mayonnaise	19,7	38,7	82,1
Mayonnaise	19,2	41,7	82,8
Salatsauce	7,1	20,5	23,3
Salatsauce	7,5	15,0	27,8
Salatsauce	16,6	16,1	27,9
Salatsauce	0,6	0,8	0,6

Methoden

SLMB: Schweizerisches Lebensmittelbuch, Zweiter Band, Eidgenössische Drucksachen- und Materialzentrale (EDMZ), Bern

A. SLMB, Kapitel 22, «Bestimmung des Gesamtfettes mittels Extraktion nach enzymatischem Aufschluss», provisorische Methode nach SK5, 18.10.1990

Prinzip: Das fein zerkleinerte bzw. homogenisierte Probenmaterial wird zur Freilegung des Fettes enzymatisch aufgeschlossen (Stärke, Protein). Die wässrige Aufschlusslösung wird unter genau festgelegten Bedingungen nacheinander mit zwei sich voneinander im Mischungsverhältnis unterscheidenden Mischungen aus Methanol und Chloroform extrahiert. Der fetthaltige Extrakt wird von der wässrigen Phase getrennt, eingedampft und der getrocknete Rückstand gewogen.

B. SLMB

- a) Kapitel 22/5.1 «Bestimmung des Gesamtfettes, Säureaufschlussmethode», September 1991 (alt: 22/4.1, 1982)
- b) Kapitel 2A/03 «Bestimmung des Gesamtfettes, Säureaufschlussmethode», 1980
- c) Kapitel 11/5.7 «Bestimmung des Gesamtfettes, Säureaufschlussmethode», 1989
- d) Kapitel 16A/13 «Bestimmung des Gesamtfettes, Säureaufschlussmethode», 1974

Prinzip: Die zerkleinerte Probe wird mit Salzsäure hydrolysiert, um das Gewebe aufzulockern und das vorhandene Fett freizusetzen. Hierauf wird filtriert, der Filtrerrückstand mit dem Fett säurefrei gewaschen, getrocknet und mit Petrolether

heiss extrahiert. Das Lösungsmittel wird abgedampft und die Fettmenge durch Wägen bestimmt.

C. SLMB

- a) Kapitel 1/1.3.1 «Fettgehalt nach Gerber, butyrometrisch», 1987
- b) Kapitel 21B/05 «Fett-Bestimmung, butyrometrisch», 1987

Prinzip: Die Probe wird mit Schwefelsäure in der Wärme behandelt, wobei die Proteine abgebaut werden. Durch die Zugabe von Amylalkohol fließen die Fetttropfchen beim Zentrifugieren zu einer klaren Schicht zusammen, deren Menge auf einer speziellen Skala abgelesen wird.

D. SLMB

- a) Kapitel 8A/02 «Gesamtlipoid-Bestimmung», 1973
- b) Kapitel 21B/04 «Gesamtlipoid-Bestimmung», 1969

Prinzip: Die Probe wird vorgetrocknet und warm mit Alkohol-Benzol extrahiert.

E. SLMB, Kapitel 2A/04 «Bestimmung des Milchfettes, Fettextraktion», 1980

Prinzip: Die zu extrahierende Probe wird durch abwechselnde Behandlung mit Dioxan und mit Petrolether aufgeschlossen, wobei das Fett quantitativ in die Dioxan-Petrolether-Phase übergeht.

F. SLMB, Kapitel 7/3.7 «Fettbestimmung in Margarine und Minarine, Hexan-Extraktion», Entwurf 1992

Prinzip: Die Probe wird zwecks Bindung des Wassers mit Seesand und Natriumsulfat verrieben. Anschliessend wird das Fett im Extraktor mittels Hexan extrahiert. Nach Abdampfen des Hexans wird der Rückstand gravimetrisch bestimmt.

G. MIT-Methode, A.K. Louth et al. (3)

Prinzip: Die Probe wird mit einem Chloroform-Methanol-Gemisch gekocht und abfiltriert. Die Filtratlösung wird eingedampft und in Chloroform gelöst. Der Rückstand wird zur vollständigen Fettextraktion mit methanolischer Salzsäure gekocht und anschliessend mit Ether extrahiert. Nach Abdampfen des Ethers wird der Rückstand in Chloroform aufgenommen. Die vereinigten Chloroformextrakte werden eingedampft und das Fett gravimetrisch bestimmt.

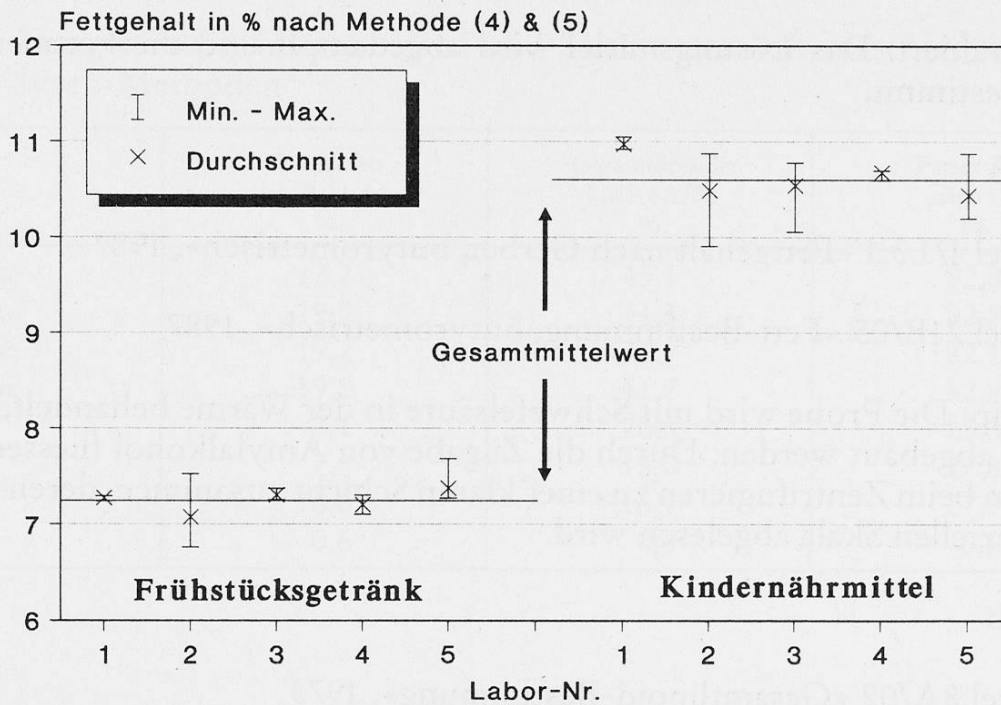


Abb. 1. Ringversuch der Subkommission «Diätetische und Speziallebensmittel» (5 Labors), 1989

Resultate und Diskussion

Die Subkommission «Diätetische und Speziallebensmittel» des Schweizerischen Lebensmittelbuchs (SLMB), die an einer zuverlässigen Fettbestimmungsmethode interessiert war, führte einen eigenen Ringversuch durch. Die Resultate sind in der Abbildung 1 ersichtlich. Die statistischen Merkmale in der Tabelle 2 zeigen eine gute Übereinstimmung der Resultate der einzelnen Laboratorien.

In den Jahren 1988–1992 wurden im Kantonalen Laboratorium Basel-Stadt bei 155 Lebensmittelproben die Methoden zur Fettbestimmung verglichen. Die rund 460 Einzeluntersuchungen sollen Auskunft über den Anwendungsbereich der Methode A geben. Eine Zusammenfassung der Resultate ist in Tabelle 3 ersichtlich. Alle Werte beruhen auf mindestens 2 Einzelbestimmungen. Die Streuung ist, wo nichts anderes angegeben, klein ($\leq 5\%$). Da die Matrix – also die Lebensmittelart – eine entscheidende Rolle bei der Fettextraktion spielt, werden diverse Nahrungsmittel nachstehend aufgetrennt nach LMB-Kapitel diskutiert.

Milch und Milchprodukte, Butter und Käse

Bei dieser Lebensmittelkategorie ist die Übereinstimmung der Methode A mit anderen Methoden hervorragend. Methode G hingegen gibt falsche Resultate. Bei Butter ergab die Methode A zu tiefe Werte. Bei Käse war die Übereinstimmung hingegen einwandfrei.

Tabelle 2. Ringversuch der Subkommission «Diätetische und Speziallebensmittel» (5 Labors), 1989, statistische Merkmale

Statistische Merkmale	Frühstücksgetränk	Kindernährmittel
Anzahl Labors	5	5
Anzahl Messungen	29	28
<i>nach ISO 5725*</i>		
Gesamtmittelwert	7,24%	10,62%
Wiederholbarkeit	0,42	0,73
Vergleichbarkeit	0,50	0,90
Variationskoeffizient bei:		
– Wiederholbedingungen	2,04%	2,44%
– Vergleichsbedingungen	2,45	3,00
Präzisionsverhältnis	0,83	0,81
<i>nach Robustheitstest*</i>		
Gesamtmittelwert	7,25%	10,62%
Gesamtmedian	7,27	10,70
Wiederholbarkeit	0,18 (2,5%)	0,65 (6,1%)
Vergleichbarkeit	0,30 (4,1%)	0,81 (7,6%)

* : siehe LMB-Kapitel 60 (6)

Berechnung mittels LMBSTAT-Software, Version 2.0 (beim Autor erhältlich)

Fette, Öle usw.

Dass die Methode B bei Mayonnaisen und Salatsaucen kläglich versagt, war schon bekannt (1); auch bei Minarine ist sie nicht anwendbar.

Fleisch und Fleischwaren

Bei Muskelfleisch zeigten sich Probleme in der Anwendung der Methode B: die Messung konnte nur sehr mühsam durchgeführt werden, da beim Neutralwaschen der Zeitaufwand enorm ist. Methode A hingegen ging ohne Mühe. Bei Würsten kam es zu guten, vergleichbaren Resultaten bei den Methoden A und B.

Cerealien, Mahlprodukte, Brot und Backwaren

Die angeblichen Diskrepanzen (2) zwischen Methoden A und B wurden von uns zwar auch beobachtet, z. B. in diversen Weizenprodukten, wo Methode A systematisch die höheren Werte ergibt. Da die massenspektrometrische Analyse darauf hindeutete, dass effektiv mehr Fett extrahiert wurde, muss davon ausgegangen werden, dass sich damit auch richtigere Werte ergaben. Bei Brot und Zopf war die Übereinstimmung jedoch gut.

Tabelle 3. Zusammenfassung der Resultate

Probenbezeichnung	Methode A %	Methoden B° %	Methode C %	Methode D %	Methode E %	Methode F %	Methode G %
Milch, teilentrahmt	2,6	2,7b					
Rahm, vollfett	33,5	34,6b					
Joghurt, nature	3,4	3,3b	3,3		3,3		7,0*
teilentrahmt	1,7	1,8b			1,9		12,7
Bio, vollfett	3,4	3,3b			3,4		5,7
Butter, Koch-	77,9	81,1b					
Käse, Frisch- (9x)	8,0–36,3		8,1–36,1				
Hart- (13x)	24,4–38,5		24,8–38,0				
Hütten- (2x)	3,9–4,3		3,6–4,0				
Schmelz- (27x)	11,1–32,0		10,0–31,5				
Weich- (7x)	22,6–29,5		23,0–27,5				
Fondue- (7x)	15,3–36,3		15,5–33,5				
Blanc Battu	0,2		0,0				
Mascarpone (2x)	38,3–49,5		34,5–53,0				
Mozarella (4x)	26,8–31,5		22,5–28,5				
Margarine	83,8					84,2	
Minarine	39,1	24,2a					
Mayonnaise (s. Tab. 1)	79,9						82,9
Salatsauce (s. Tab. 1)	27,6						27,2
Speiseeis (5x)	0,0–6,5	0,0–5,7a					
Bratwurst (6x)	16,9–25,3	17,9–26,7c					
Flüssigwürze	0,2	0,0a					
Streuwürze	2,7	2,4a					
Rahmsauce	22,1	23,1b					
Reis, Brocken	0,9	0,9d					
Long Grain	2,7	2,5d					
Haferkleie	7,6	8,0d					
Hafercreme	7,6	8,0d					
Weizenkeimflocken	7,1	4,5d					
Weizenkeimgranulat	7,0	5,4d					
Weizenkeimmehl	7,3	6,1d					
Corn Flakes	1,5	0,7d					
Corn Flakes und Erdnuss	2,5	2,0d					
Corn Flakes mit Fasern und Früchten	5,9	5,3d					
Milchbrot (4x)	11,2–20,5	10,4–20,5d					
Zopf (4x)	10,0–11,5	9,6–11,1d					
Butterzopf (9x)	10,4–14,0	9,9–12,7d					
Tiroler Cake	21,4	21,1d					
Dessert-Cremepulver	0,1	0,0a					
Teigwaren	2,8	2,7d					
Import-Eier	9,9			9,8			10,8

Probenbezeichnung	Methode A %	Methoden B ^o %	Methode C %	Methode D %	Methode E %	Methode F %	Methode G %
Volleipulver	46,4	41,6a	12,6	47,3			46,1
Frühstücksgetränk	7,4	6,1a		11,8*	7,0		14,4
Babynahrung mit Soja	10,5	10,8a		13,6*	10,6		8,8
Glace, diät- (2x)	3,6-4,1	3,1-3,7a					
Glace, light (2x)	3,6-3,9	3,2-3,6a					
Rahmbonbons (2x)	60,8-65,6	57,6-61,3b					
Bananen	0,1	0,1a					
Kartoffeln	0,0	0,1a					
Haselnüsse	57,3	58,1a					
Champignons	0,3	0,3a					
Schokolade (6x)	29,7-35,6	29,6-36,3a					

^o : kleine Buchstaben: siehe Methoden

* : Einzelwerte unterliegen grossen Schwankungen

Eier und Eiprodukte

Auch hier wurde die Überlegenheit der Methode A wieder deutlich, denn sie bietet absolut zuverlässige Zahlen, was bei Methode B nicht zutrifft. Lebensmittel mit Eieröl eignen sich für die Bestimmung mit dem Säureaufschluss.

Sonstige Lebensmittel

Es konnte bei sämtlichen weiteren Proben eine sehr gute Übereinstimmung der Resultate der offiziellen Methoden und der Methode A erzielt werden.

Zusammenfassend kann gesagt werden, dass die Methode mit enzymatischem Abbau A die «universellste» Fettbestimmungsmethode zu sein scheint. Auch sie hat ihre Grenzen und Nachteile. So wurde bei Butter ein zu kleiner Gehalt erzielt. Auch ist die Extraktion mit einem chloroformhaltigen Lösungsmittel nicht elegant und umweltfreundlich. Eine Möglichkeit des Ersatzes wird zurzeit getestet.

Zusammenfassung

Es wird ein Vergleich zwischen verschiedenen Fettbestimmungsmethoden vorgestellt. Die Methode der Chloroform-Methanol-Extraktion mit vorherigem enzymatischen Abbau der Stärke (A) scheint am universellsten einsetzbar. Sie ergibt meistens Resultate, die eine sehr gute Übereinstimmung mit den bestehenden empfohlenen Lebensmittelbuchmethoden zeigen.

Résumé

Une comparaison entre différentes méthodes de dosage des lipides est présentée. La méthode d'extraction au chloroforme-méthanol avec hydrolyse enzymatique préalable de l'amidon (A) semble être la plus universelle. Elle montre le plus souvent une bonne concordance avec les méthodes conseillées existantes du Manuel suisse des denrées alimentaires.

Summary

A comparison between different methods for fat content determination is presented. The method of chloroform-methanol extraction with preceding enzymatic hydrolysis of the starch (A) seems to be the most universal. This method shows mainly a very good agreement with the existing recommended methods of the Official Swiss Food Manual.

Literatur

1. *Schüpbach, M. et al.*: Jahresbericht 1987 des Kantonalen Laboratoriums Basel-Stadt (1988).
2. *Dieffenbacher, A.*: Neue Entwicklungen in der Fettanalytik. Mitt. Gebiete Lebensm. Hyg. **82**, 80–97 (1991).
3. *Louth, A.K., Navia, J.M. and Harris, R.S.*: Improved procedure for extracting food fatty acids. J. Am. Oil Chem. Soc. **43**, 627 (1966).
4. *Lento, H.G. and Daugherty, C.E.*: Abstr. 80 of the 94th Annual Meeting of the AOAC, October 20–23, Washington 1980.
5. *Daugherty, C.E. and Lento, H.G.*: Chloroform-methanol-extraction method for determination of fat in foods: Collaborative Study. J. Assoc. Off. Anal. Chem. **66** (4), 927–932 (1983).
6. *Schweizerisches Lebensmittelbuch*, Kapitel 60, Statistik und Ringversuche. Eidg. Druck-sachen- und Materialzentrale (EDMZ), Bern 1989.

Dr. C. Ramseier
Kantonales Laboratorium
Basel-Stadt
Kannenfeldstrasse 2
CH-4012 Basel