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

Herausgeber: Bundesamt für Gesundheit

Band: 87 (1996)

Heft: 6

Artikel: Evaluation d'une nouvelle méthode de dosage de la matière grasse à l'aide de l'équipement Büchli B-815/820® = Evaluation of a novel method for the determination of crude fat using Buechi - B-815/820 - equipment

Autor: Gentil, Sylviane / Rihs, Toni

DOI: https://doi.org/10.5169/seals-982098

Nutzungsbedingungen

Die ETH-Bibliothek ist die Anbieterin der digitalisierten Zeitschriften auf E-Periodica. 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. Das Veröffentlichen von Bildern in Print- und Online-Publikationen sowie auf Social Media-Kanälen oder Webseiten ist nur mit vorheriger Genehmigung der Rechteinhaber erlaubt. Mehr erfahren

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. La reproduction d'images dans des publications imprimées ou en ligne ainsi que sur des canaux de médias sociaux ou des sites web n'est autorisée qu'avec l'accord préalable des détenteurs des droits. En savoir plus

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. Publishing images in print and online publications, as well as on social media channels or websites, is only permitted with the prior consent of the rights holders. Find out more

Download PDF: 12.07.2025

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

Trav. chim. aliment. hyg. 87, 697–707 (1996)
Présenté le 3 septembre 1996. Accepté le 17 octobre 1996

Evaluation d'une nouvelle méthode de dosage de la matière grasse à l'aide de l'équipement Büchi B-815/820®

Evaluation of a Novel Method for the Determination of Crude Fat using Buechi – B-815/820 – Equipment

Key words: Crude fat, GC analysis, Büchi method

Sylviane Gentil et *Toni Rihs*
Station fédérale de recherches en production animale (RAP), Posieux

Introduction

En 1995, la maison Büchi SA à Flawil a mis sur le marché un nouvel équipement B-815/B-820 pour le dosage de la matière grasse. Cette méthode de détermination se distingue fondamentalement des méthodes classiques qui font le plus souvent appel à une extraction, soit directe, soit après traitement acide ou alcalin de la graisse, et d'un dosage gravimétrique ou volumétrique.

Pour évaluer la méthode d'essai proposée par la maison Büchi SA, nous avons analysé parallèlement trente échantillons d'aliments pour animaux avec cette méthode et avec la méthode d'essai selon Berntrop (1). Cette méthode officielle, employée dans nos laboratoires (2), implique une extraction de la matière grasse après désagrégation acide.

Principe de la méthode Büchi

L'échantillon est extrait avec du n-butanol qui constitue un solvant polaire à haut point d'ébullition. La graisse extraite est directement saponifiée par de l'hydroxyde de potassium dissout dans le solvant. Les acides gras sont ensuite libérés par addition d'une solution aqueuse acide. Après séparation des phases, ils sont dosés directement, sans estérification, dans la phase organique à l'aide d'un chromatographe en phase gazeuse. Il sépare le solvant, l'étalon interne (l'acide tridécanoïque) et les acides gras par groupes. La teneur en graisse est calculée à partir de

la surface de l'étalon interne et de la somme des surfaces des groupes d'acides gras; multipliée par un facteur correspondant au facteur de réponse du détecteur et au facteur de conversion des acides gras en triglycérides. Pour la détermination du facteur, il faut analyser une graisse étalon pure, par exemple le Saindoux.

Partie expérimentale

Appareillages

Unité d'extraction B-815

L'appareil d'extraction sert en même temps d'unité de saponification de la graisse. Un récipient, surmonté d'une pièce intermédiaire et d'un réfrigérant, est placé dans un support sur une plaque chauffante avec agitateur magnétique. Le programme de température du chauffage et la vitesse de l'agitation magnétique sont réglés automatiquement. Cet appareil est conçu pour traiter 4 échantillons simultanément (3).

Appareil du dosage de la graisse B-820/B-821

C'est un chromatographe en phase gazeuse (B-820) muni d'un injecteur automatique avec passeur d'échantillons à 48 places (B-821), d'une courte colonne remplie et d'un détecteur FID (4). Il a été conçu et programmé uniquement pour le dosage de la matière grasse à partir des acides gras. L'hydrogène est le gaz porteur. Les paramètres sont les suivants:

Colonne:	Forme – U, courte, remplie avec une phase liquide FFAP sur Chromosorb HP
Pression de l'hydrogène:	75 kpa
Débit de l'hydrogène:	10 ml en 7 s (85,7 ml/min)
Pression de l'air:	55 kpa
Débit de l'air et de l'hydrogène:	20 ml en 2,5 s (480 ml/min)
Température de l'injecteur:	220 °C
Température du détecteur:	260 °C
Programme de température du four:	Mode général: 130–260 °C en 6 minutes (pour tous les types d'échantillons, sauf les produits laitiers). Mode spécial: 90–260 °C en 6 minutes (pour les produits laitiers).

Système d'hydrolyse de la maison Büchi SA, comprenant un «Digestor B-425»® et une «Hydrolyzing unit B-428»®.

Four à micro-ondes, Labotron, Mod. 600, puissance 300 et 600 W, K. Schneider + Cie. SA, Zürich.

Choix et provenance des échantillons

Nous avons sélectionné 30 échantillons provenant des sections de recherches de notre station et du contrôle des aliments pour animaux. Ils représentent différents types d'aliments d'origine végétale et animale, contenant entre 0,5 et 99,5 g/100 g de matière grasse.

En plus nous avons inclu 4 échantillons de référence certifiés – poudre de lait, farine de seigle, farine de froment et muscle de porc lyophilisé – du Bureau de Référence de la Commission des Communautés européennes (BCR).

Réactifs

R 1 Acide chlorhydrique 10%, pur (Dr. Grogg, Chemie AG, Bern)
R 2 Benzine de pétrole, zone d'ébullition 40–60 °C (Romil, A-9601)
R 3 n-Butanol (Fluka 19430)
R 4 Acide tridécanoïque (Sigma T-0502)
R 5 Acide formique 85% (Fluka 06460)
R 6 Hydroxyde de potassium (Fluka 60370)
R 7 Peroxodisulfate de potassium (Fluka 60490)
R 8 Dihydrogénophosphate de sodium dihydraté (Fluka 71500)
R 9 Célite 545 (Fluka 22140)
R 10 Saindoux (graisse pure à 99,4%)
R 11 Solution aqueuse acide: 650 g de dihydrogénophosphate de sodium dihydraté (R 8) et 100 ml d'acide formique (R 5), dissoudre et ajuster à 2 litres avec de l'eau Millipore
R 12 Air comprimé (Carbagas)
R 13 Hydrogène 45, gaz comprimé (Carbagas)

Mode opératoire

Méthode Büchi

Choix de l'extraction

Deux manières d'extraire la graisse sont possibles:

a) Extraction directe – l'échantillon est placé directement dans le récipient.
b) Extraction avec filtre – l'échantillon est contenu dans un filtre qui est placé dans la pièce intermédiaire.

En général, l'extraction directe est utilisée. L'extraction avec filtre est prévue pour les échantillons qui ont une faible teneur en graisse et pour les échantillons où la phase aqueuse et organique ne se séparent pas.

Pour éviter les odeurs désagréables du n-butanol, nous recommandons que l'extraction et les autres manipulations avec les réactifs s'effectuent dans une hotte ventilée.

Extraction directe

Suivant la teneur en graisse présumée, des quantités d'échantillon et d'étalon interne seront pesées comme indiqué dans le tableau 1. Peser à double l'étalon interne (R 4) et l'échantillon (à 0,1 mg) dans le récipient. Pour les poudres de lait, additionner 3 g de célite (R 9) afin d'améliorer l'extraction. Ajouter 1,5 g d'hydroxyde de potassium, soit 14 pastilles (R 6) et 0,5–1 g de peroxodisulfate de potassium, soit une spatule (R 7) pour «neutraliser» les mauvaises odeurs. Ajouter 45 ml de n-butanol (R 3) avec un dispenser. Mettre le barreau magnétique, la pièce intermédiaire et le réfrigérant et vérifier que la température de l'eau soit inférieure à 30 °C et qu'un tube en plastique rempli de charbon actif soit accroché à la sortie. Poser le support sur l'unité d'extraction B-815 et démarrer l'extraction qui dure 30 minutes. A la fin de l'extraction, ajouter 40 ml de la solution aqueuse acide (R 11) à l'aide d'un dispenser prolongé par un tuyau en plastique et une aiguille (ce qui permet d'introduire la solution par le bouchon-septum qui ferme la sortie latérale du récipient). Laisser agiter encore 3 minutes, puis enlever le support et laisser les phases se séparer (environ 5 minutes). Prélever environ 1,5 ml de phase organique et remplir un flacon pour l'injection automatique. Chaque extrait sera injecté 3 fois dans le chromatographe en phase gazeuse B-820/B-821.

Tableau 1. Pesées de l'échantillon et de l'étalon interne suivant la teneur présumée en matière grasse

Matière grasse (g/100 g)	Pesée de l'échantillon (g)	Pesée de l'étalon interne (g)
< 2	3	0,1
2–10	2	0,1
10–35	2	0,2
35–100	0,7	0,2

Extraction avec filtre

Peser à double l'étalon interne (R 4) et l'échantillon dans un filtre plissé puis le mettre dans la pièce intermédiaire. Ensuite, procéder comme décrit sous «*Extraction directe*». La durée de l'extraction est de 40 minutes.

Dosage de la matière grasse

Avant d'enclencher le chromatographe B-820/821, changer le septum (chaque jour). Ouvrir les bouteilles d'air (R 12) et hydrogène (R 13) et mettre en marche l'appareil. Attendre que les pressions et les températures aient atteint les valeurs de

consigne et que le détecteur FID s'allume automatiquement. Contrôler le débit des gaz. Préchauffer le four pendant 40 minutes. Introduire le nom de l'échantillon, sa prise, la pesée de l'étalon interne et le facteur. Choisir le programme de température (mode général ou mode spécial). Sélectionner le mode d'injection automatique. A la fin de chaque injection, un rapport indiquant les données de l'échantillon, le chromatogramme et le résultat est imprimé.

Méthode d'essai officielle à extraction directe

Une prise de 5 g de l'échantillon est extraite pendant trois heures avec de la benzine de pétrole (R 2) dans un appareil à extraction continue «Twisselmann». Le solvant est ensuite distillé et récupéré à l'aide d'un appareil «Soxhlet». La graisse restante est séchée sous vide et déterminée par gravimétrie (5, 6).

Méthode d'essai officielle à extraction après désagrégation acide

L'échantillon est traité à l'acide chlorhydrique 10% (R 1), en utilisant le système d'hydrolyse de la maison Büchi SA, B-425/428®, le résidu est filtré, séché dans un four à micro-ondes et soumis à l'extraction de la matière grasse par la benzine de pétrole (R 2) dans un appareil à extraction «Soxhlet» durant 3 h. Le solvant est ensuite distillé. La graisse restante est séchée sous vide et déterminée par gravimétrie (2).

Résultats et discussion

Détermination du facteur

Nous avons extrait deux prises de saindoux (R 10) contenant 99,4% de graisse et injecté 6 fois chaque extrait. Les résultats sont présentés dans le tableau 2. Le facteur moyen, 0,926, a été utilisé pour calculer tous les résultats de graisse.

Il a été démontré que le facteur est pratiquement le même pour tous les acides gras. Toutefois, le facteur de l'acide butyrique est plus élevé. Le programme corrige ce facteur en tenant compte de la proportion d'acide butyrique dans l'échantillon.

Influence de la manière d'extraction de l'échantillon

Pour les échantillons à faible teneur en matière grasse, deux manières d'extraction ont été proposées par la maison Büchi SA. Le tableau 3 montre cependant que la manière d'extraction influence le résultat de la matière grasse. Nous avons toujours obtenu des résultats plus faibles pour l'extraction avec filtre. La différence absolue des résultats ne varie que peu avec les teneurs en matière grasse.

Tableau 2. Résultats de la détermination du facteur sur la base de deux extraits (A et B) de saindoux

	Facteur pour l'extrait A	Facteur pour l'extrait B
Injection 1	0,922	0,925
Injection 2	0,923	0,924
Injection 3	0,938	0,929
Injection 4	0,913	0,928
Injection 5	0,932	0,927
Injection 6	0,929	0,923
Moyenne	0,926	0,926
Moyenne, extraits A et B	0,926	
Ecart-type	0,006	
Coefficient de variation (%)	0,660	

Tableau 3. Influence de la manière d'extraction de l'échantillon sur les résultats de la matière grasse (en g/100 g) obtenus par la méthode d'essai Büchi

Type d'échantillon	Méthode d'essai Büchi Extraction directe			Méthode d'essai Büchi Extraction avec filtre			Différence absolue en g/100 g
	Moyenne $\bar{x}_B$	Ecart-type	n	Moyenne $\bar{x}_F$	Ecart-type	n	$\bar{x}_B - \bar{x}_F$
Déchet de biscuiterie	1,10	0,4	2	0,36	0,06	2	+ 0,74
Aliment pour caprins	2,07	0,3	6	1,79	0,03	2	+ 0,28
Orge	2,39	0,2	2	1,87	0,03	2	+ 0,52
Avoine	4,43	0,05	2	3,86	0,06	2	+ 0,57
Viande de porc	5,77	0,2	2	5,08	0,3	1	+ 0,69
Aliment pour porcs	6,65	0,3	2	5,85	0,2	2	+ 0,80

Résultats pour les échantillons d'aliments pour animaux

Dans le tableau 4 nous comparons les résultats obtenus pour le dosage de la matière grasse, dans les différents échantillons d'aliments pour animaux, par la méthode d'essai Büchi et la méthode d'essai officielle après désagrégation acide (1). Les résultats de la méthode d'essai Büchi sont en général plutôt plus élevés que ceux de la méthode officielle à extraction après désagrégation acide. Cette différence est

la plus grande pour les échantillons de viande, qui sont riches en phospholipides. Inversement, les résultats de la méthode d'essai Büchi sont plus faibles pour les échantillons à haute teneur en matière grasse. L'écart-type des résultats de la méthode d'essai Büchi a tendance à être plus grand.

Tableau 4. Résultats de la matière grasse (en g/100 g) obtenus par la méthode d'essai Büchi et la méthode d'essai officielle à extraction après désagrégation acide (1, 2) pour différents échantillons d'aliments pour animaux

N°	Type d'échantillon	Méthode d'essai Büchi (Extraction directe)			Méthode d'essai Selon Berntrop			Différence relative (%)
		Moyenne $\bar{x}_B$	Ecart-type	n	Moyenne $\bar{x}_M$	Ecart-type	n	$(\bar{x}_B - \bar{x}_M) \times 100 / \bar{x}_M$
1	Foin	3,67	0,07	2	3,00	0,00	2	+ 22,3
2	Aliment porcs	5,34	0,22	6	5,20	0,00	2	+ 2,7
3	Aliment bovins	7,04	0,14	2	6,60	0,14	2	+ 6,7
4	Aliment porcs	7,13	0,26	2	6,65	0,07	2	+ 7,2
5	Soupe	4,93	0,13	2	4,35	0,07	2	+ 13,3
6	Soupe	13,4	0,14	2	12,4	0,28	2	+ 8,1
7	Soupe	13,5	0,22	6	13,3	0,00	2	+ 1,5
8	Soupe	21,8	0,34	2	23,9	0,00	2	– 8,7
9	Viande, muscle	6,27	0,23	2	5,00	0,14	2	+ 25,4
10	Viande, muscle	8,06	0,47	2	6,80	0,14	2	+ 18,5
11	Viande de porc	13,1	0,34	2	10,4	0,21	2	+ 26,0
12	Viande, déchets	26,4	0,56	2	23,4	0,28	2	+ 12,8
13	Poudre de lait	19,7	0,34	2	17,2	0,04	6	+ 14,5
14	Poudre de lait	22,7	0,51	2	19,9	0,07	2	+ 14,1
15	Poudre de lait	29,5	0,54	2	25,6	0,71	2	+ 15,2
16	Poudre de lait	35,4	0,61	2	34,1	0,28	2	+ 3,8
17	Graines oléo-protéagineuses	25,0	0,42	2	27,2	0,14	2	– 8,1
18	Graines oléo-protéagineuses	37,5	1,6	6	41,3	0,07	2	– 9,2
19	Graisse animale	77,5	0,53	2	86,8[1]	0,14	2	– 10,7
20	Graisse animale	95,3	1,3	2	99,1[1]	0,57	2	– 3,8
21	Graisse animale	97,2	0,62	2	99,8[1]	0,14	2	– 2,6

n Nombre de déterminations
[1] Méthode d'essai officielle à extraction directe (5, 6), sans désagrégation acide préalable

Echantillons de référence certifiés

Dans le tableau 5 sont représentés les résultats obtenus pour le dosage de la matière grasse, dans les 4 échantillons de référence certifiés, par la méthode d'essai Büchi. La farine de seigle et la farine de froment sont des échantillons à très basse teneur en matière grasse. Les résultats sont tout de même très proches des valeurs certifiées. Pour le muscle de porc lyophilisé, le résultat est significativement trop élevé, confirmant ainsi les différences observées avec les échantillons de viande. Le résultat de la poudre de lait est légèrement supérieur à la valeur certifiée.

Tableau 5. Teneur en graisse (en g/100 g) pour 4 échantillons de référence certifiés

Echantillon de référence certifié (BCR)	CRM N°	Méthode d'essai Büchi		Valeur certifiée	Différence relative
		$\bar{x}_B \pm s$	n	(g/100 g)	(%)
Farine de seigle	381	1,07 ± 0,26	12	1,1 ± 0,1	− 2,7
Farine de froment	382	1,44 ± 0,43	14	1,3 ± 0,1	+ 10,8
Muscle de porc lyophilisé	384	12,8 ± 0,68	8	10,8 ± 0,2	+ 18,5
Poudre de lait	380	27,4 ± 1,0	10	26,9 ± 0,3	+ 1,9

Répétabilité

La répétabilité des mesures chromatographiques a été déterminée sur la base d'injections multiples d'une même solution. Les coefficients de variation trouvés varient en général entre 1 et 4% et sont encore plus grands pour les solutions à faible teneur. Ces chiffres n'ont été guère améliorés par l'introduction de l'injecteur automatique. Une meilleure précision de la partie chromatographique serait toutefois souhaitable. Pour pallier cette incertitude du système chromatographique, il faut actuellement injecter au moins trois fois chaque solution de mesure.

Reproductibilité

Dans l'espace d'un mois, des échantillons représentatifs ont été analysé trois fois à double par la méthode d'essai Büchi (extraction directe). Les résultats obtenus sont présentés au tableau 6. La reproductibilité des résultats n'atteint guère le niveau qu'on aurait souhaité pour un nouveau système de ce genre. Elle parait même peu concluante pour les aliments à faible teneur en matière grasse.

Les variations observées ne s'expliquent que partiellement par les fluctuations du facteur. En effet, les variations quotidiennes du facteur (voir tableau 2) ne sont pas aussi grandes que les variations des résultats d'un jour à l'autre. A titre de référence, un coefficient de variation de 4,3% a été obtenu pour la variation

Tableau 6. Reproductibilité des résultats de la méthode d'essai Büchi pour différentes teneurs en matière grasse (en g/100 g) obtenus sur des échantillons qui ont été analysés trois fois à double dans l'espace d'un mois

Type d'échantillon	Moyenne	Ecart-type	Coefficient de variation RSD (%)
Aliment caprins	2,1	0,33	16
Aliment porc	5,3	0,22	4,1
Soupe pour porcs	13,5	0,22	1,6
Poudre de lait	28,1	0,43	1,5
Graines oléoprotéagineuses	37,5	1,6	4,3

inter-laboratoire lors d'une analyse circulaire récente du groupe IAG (7) effectuée sur un aliment mélangé à 5,3% de matière grasse en utilisant la méthode officielle de la Communauté Européenne (6, 8).

Estimation de la capacité d'analyse

L'hydrolyse constitue le facteur de temps limitant la cadence de cette analyse. En comptant 40 minutes par cycle d'hydrolyse, il est possible d'effectuer 11 cycles, soit 44 déterminations/jour/personne, à l'aide d'une unité d'extraction (B-815) à 4 places. Cette capacité est supérieure à celle de la méthode classique décrite (2). Il serait même possible de la doubler, si nécessaire, en utilisant deux unités d'extraction. En plus, le temps d'attente pour obtenir un résultat de matière grasse est de l'ordre de 45 minutes pour la méthode d'essai Büchi, mais il est d'environ six heures pour la méthode classique.

Conclusion

Cette méthode d'essai Büchi pour le dosage de la matière grasse est basée sur un principe nouveau et intéressant. Elle a le potentiel du dosage rapide et efficace de la matière grasse. Les réactifs utilisés sont peu coûteux et peu toxiques. L'introduction récente de l'injecteur automatique muni d'un passeur d'échantillons a fortement contribué à atteindre ce but. Un autre avantage de cette méthode d'essai est de pouvoir déterminer rapidement l'acide butyrique.

Cependant, à l'état actuel, la méthode d'essai Büchi ne peut pas encore satisfaire certains critères de fiabilité, tels qu'ils sont exigés dans un laboratoire analytique de service. Il parait notamment judicieux de poursuivre l'optimisation du système chromatographique dans le but d'améliorer la répétabilité et la reproductibilité des résultats. De même, l'établissement d'un mode opératoire adéquat de l'extraction

– surtout pour les échantillons de faible teneurs en matière grasse – ainsi que l'étude des causes du surdosage des produits carnés constituent encore des champs d'actions prioritaires.

Remerciements

Nous remercions la maison Büchi SA à Flawil de nous avoir prêté son équipement pour réaliser ces essais. Nos remerciements s'adressent aussi aux collègues qui ont réalisé une partie du travail, en particulier à *Bernard Maudry*.

Résumé

Nous avons évalué le nouvel équipement B-815 et B-820/B-821 développé par la maison Büchi SA à Flawil pour le dosage de la matière grasse. Les échantillons d'aliments pour animaux, représentant un domaine vaste de teneurs en matière grasse, et 4 échantillons de référence certifiés ont été analysés parallèlement avec la méthode d'essai Büchi et avec une méthode officielle, déterminant la matière grasse par extraction avec de la benzine de pétrole et par gravimétrie après une désagrégation acide préalable (1). La nouvelle méthode d'essai Büchi est basée sur une extraction et saponification simultanée des graisses dans un solvant polaire à haut point d'ébullition et d'un dosage des acides gras libres (y compris l'acide butyrique), partiellement séparés, par chromatographie en phase gazeuse. Elle peut constituer une méthode alternative intéressante aux méthodes «brutes» classiques. Pour les échantillons de composition peu connue, par exemple, elle pourrait aussi devenir une méthode pertinente de confirmation du résultat de la matière grasse. Cette méthode d'essai a toutefois encore besoin d'une optimisation de certains paramètres qui font tort à sa performance, surtout dans la partie de la quantification.

Zusammenfassung

Die neuen Analysengeräte zur Rohfettbestimmung, B-815 und B-820/B-821 der Firma Büchi AG, Flawil, wurden evaluiert. Der Rohfettgehalt von repräsentativen Futtermittelproben pflanzlicher und tierischer Herkunft und von vier zertifizierten BCR-Referenzmaterialien wurde sowohl mit der neuen Büchi-Prüfmethode als auch mit der in unseren Laboratorien freigegebenen Prüfmethode bestimmt. Diese von uns eingesetzte offizielle Prüfmethode nach Berntrop (1) beruht auf einem Säureaufschluss und auf der anschliessenden gravimetrischen Bestimmung des mit Petrolether extrahierten Rohfettes. Die getestete Büchi-Prüfmethode basiert auf der gleichzeitigen Extraktion und Verseifung des Fettes in einem hochsiedenden Lösungsmittel und einer gaschromatographischen Bestimmung der in Gruppen aufgetrennten Fettsäuren. Sie stellt eine interessante Alternative zu den klassischen, nicht substanzspezifischen Fettbestimmungsmethoden dar. Da die Resultate aufgrund der vorhandenen Fettsäuren (inklusive Buttersäure) ermittelt werden, könnte diese Methode bei Proben unbekannter Zusammensetzung beispielsweise auch zur Bestätigung eines fraglichen Rohfettprüfergebnisses dienen. Speziell im Bereich der Quantifizierung müssen jedoch zur Verbesserung der Genauigkeit und (bei bestimmten Proben) der Richtigkeit noch verschiedene methodische und apparative Aspekte der Büchi-Prüfmethode weiter optimiert werden.

Summary

The new equipments for crude fat determination, B-815, B-820/B-821 from Buechi Ltd., Flawil, Switzerland, have been tested. Representative feedstuffs samples of animal and vegetable origin and four certified BCR reference materials have been analyzed for crude fat by the Buechi-method, and by the official Berntrop method (1) used in our laboratory. The Berntrop method involves an acid hydrolysis step prior to the fat extraction with petroleum benzin and its gravimetric determination. The Buechi-method relies on extraction and simultaneous saponification of the fat in a high boiling solvent, and on gas chromatography for separation and determination of the partially separated free fatty acids. This rather novel method may constitute an interesting alternative to the classical, not substance specific «crude fat» methods. Since the results of this method are based on the quantification of relevant fatty acids (including butyric acid), it could also serve to confirm or interpret a crude fat result, e.g. from a sample of unknown composition. However, certain experimental steps and chromatographic parameters need to be further optimized, in order to improve the precision, and (for specific samples) the accuracy of this Buechi-method.

Bibliographie

1. *Högl, O.:* Manuel suisse des denrées alimentaires, 5ème édition, vol. 1, page 542, chapitre 6.3 Graisses et lipoïdes, point 4.2.2 Méthode selon Berntrop. Centrale fédérale des imprimés et du matériel, Berne 1969.
2. *Jaquet, Ch.*: Graisse selon Berntrop dans les aliments pour animaux. Méthode d'essai interne RAP – N° ME11301O.710 (1993).
3. *Caviezel, R.*: Document technique B-815, Büchi Labortechnik AG, Flawil 1995.
4. *Caviezel, R.*: Document technique B-820/B-821, Büchi Labortechnik AG, Flawil 1996.
5. *Jaquet, Ch.*: Graisse brute dans les aliments pour animaux. Méthode d'essai interne RAP – N° ME10601O.710 (1993).
6. *Bassler, R.*: Methodenbuch Bd. III; die chemische Untersuchung von Futtermitteln. Chapitre 5.1.1, 2. suppl., Bestimmung von Rohfett, amtliche Methode. VDLUFA-Verlag, Darmstadt 1988.
7. *Eijgenraam, A.*: Bulletin IAG Ringtest. Page 7, International Analytical Group (IAG), Oosterbeek 1995.
8. *Dalsager, P.*: Bestimmung von Rohfett. Directive de la Commission, Bulletin officiel de la Communauté européenne, L 15, 28–30 (1984).

Sylviane Gentil
Dr. Toni Rihs
Section analytique
Station fédérale de recherches
en production animale
CH-1725 Posieux