



## Eine validierte Methode für die Gesamtfettbestimmung

In Lebensmitteln, Getreide und Futtermitteln liegen Fette vielfach als Phospho- und Glykolipide oder als Lipoproteine vor. Diese gebundenen Fette lassen sich oft nicht vollständig durch eine einfache Extraktion erfassen. Zur Bestimmung des Gesamtfettgehaltes werden daher die gebundenen Fette zunächst hydrolysiert und danach extrahiert.

Der Aufschluss geschieht üblicherweise durch Kochen der Probe in 3-4 M Salzsäure. Nach der Filtration wird der Filterrückstand säurefrei gewaschen, getrocknet und mit dem Lösungsmittel extrahiert. Die Methode ist sehr zeitaufwendig und beinhaltet Probenüberführungen mit möglichen Probenverlusten als Fehlerquelle. FOSS hat diese Methode durch das SoxCap vereinfacht<sup>[1]</sup>.

Obwohl in zahlreichen Einzelstudien umfassend validiert<sup>[2]</sup>, wurden mit dem System noch keine internationalen Ringversuche durchgeführt. In Zusammenhang mit der Revision des ISO Standards 7302<sup>[3]</sup> wurde jetzt auch die SoxCap-Methode in einem internationalen Ringversuch, unter Beachtung der Vorgaben durch IUPAC und ISO für die Durchführung und Auswertung von Ringversuchen<sup>[4]</sup>, vali-

diert. Es wurden dabei dieselben Proben wie beim ISO Ringversuch verwendet, so dass ein direkter Methodenvergleich möglich wurde.

### Validierung

An dem Ringversuch zur Validierung der SoxCap-Methode nahmen 8 Laboratorien aus China, Dänemark, Deutschland, Japan und Schweden teil. Die folgenden Proben wurden untersucht:

- Probe 1 Reis, geschält
- Probe 2 Weizen, Ganzkorn
- Probe 3 Roggenmehl
- Probe 4 Hirse
- Probe 5 Couscous (Hartweizen)
- Probe 6 Mehlmischung (Multi-Korn)
- Probe 7 Croutons
- Probe 8 Maisbrot
- Probe 9 Rinderfutter
- Probe 10 Hühnerfutter
- Probe 11 Schweinefutter

Die Proben wurden auf den Feuchte- und Fettgehalt (Fett A, Extraktion mit Benzin/Petroleumether) sowie auf den Gesamtfettgehalt (Fett B, Extraktion nach dem Säureaufschluss

mit dem SoxCap) untersucht. Die Ergebnisse für den Gesamtfettgehalt sind in der Tabelle 1 zusammengestellt.

Da nur wenig Probenmaterial vorhanden war, konnte die Probe 9 nur an fünf Laboratorien verteilt werden. Ein Labor berichtete nur über Ergebnisse für die ersten fünf Proben.

Einige Werte wurden als Ausreißer nach „Grubbs“ oder „Cochran“ eliminiert.

Die Leistungskenndaten in Form der relativen Wiederholbarkeit und Vergleichbarkeit sind in der Abbildung 1 dargestellt.

Wie erwartet, nehmen die relativen Fehler mit niedrigeren Fettgehalten zu. In dem Ringversuch wurde für alle Proben eine Einwaage von 1 g verwendet. Durch eine Verdopplung der Einwaage lassen sich die relativen Fehler verbessern. Die erzielten Ergebnisse sind vergleichbar mit anderen Methoden.

### Genauigkeit

Da die gleichen Proben etwa gleichzeitig untersucht wurden, ließ sich die Genauigkeit der SoxCap-Methode durch einen direkten Vergleich mit der Methode nach dem ISO Standard ISO/DIS 7302 ermitteln. Die Ergebnisse

Parameter	Probe										
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
Anzahl der teilnehmenden Laboratorien	8	8	7	7	7	7	7	6	4	7	7
Mittlerer Gesamtfettgehalt, g/100 g	1,093	2,207	1,692	3,451	2,014	12,031	15,922	26,15	14,149	6,705	3,814
Wiederholbarkeitsstandardabweichung (sr), g/100 g	0,047	0,066	0,073	0,076	0,066	0,134	0,281	0,265	0,098	0,109	0,221
Rel. Wiederholbarkeitsstandardabweichung RSD <sub>r</sub> %	4,3	3,0	4,3	2,2	3,3	1,6	1,8	1,0	0,7	1,6	5,8
Wiederholbarkeitsgrenze r [ r = 2,8 x sr ], g/100 g	0,132	0,185	0,205	0,213	0,185	0,544	0,786	0,742	0,276	0,305	0,618
Vergleich-Standardabweichung (s <sub>r</sub> ), g/100 g	0,315	0,260	0,149	0,289	0,139	0,743	0,870	0,919	0,447	0,598	0,644
Rel. Vergleich-Standardabweichung RSD <sub>R</sub> %	28,8	11,8	8,8	8,4	6,9	6,2	5,5	3,5	3,2	8,9	16,9
Vergleichsgrenze (R) [R= 2,8 x s <sub>R</sub> ], g/100 g	0,882	0,729	0,417	0,810	0,388	2,079	2,436	2,572	1,252	1,675	1,802

Tabelle 1: Ergebnisse der Studie

sind in der Abbildung 2 dargestellt.

Bei der Methode nach ISO/DIS 7302 wird ein traditioneller Säureaufschluss verwendet. Wie zu erkennen ist, liegen keine signifikanten Unterschiede zwischen den beiden Methoden vor. Bis auf Hirse liegen die Unterschiede innerhalb einer Wiederholbarkeitsstandardabweichung. Eine statistische Analyse (t-Test der Mittelwerte) zeigt, dass in 98 von 100 Fällen keine Unterschiede zwischen beiden Methoden vorliegen.

### Unterschiede zwischen Gesamtfett- und Rohfettgehalten

Wie aus der Abbildung 3 ersichtlich, kann der Gesamtfettgehalt beträchtlich höher sein als der Rohfettgehalt nach direkter Lösungsmittel-extraktion. Erhebliche Unterschiede wurden

für Reis (+187%), Ganzkorn-Weizen (+33%), Roggenmehl (+25%), Couscous (+157%), Croutons (+14%), Rinderfutter (+19%) und Schweinefutter (+23%) gefunden. Weniger signifikante Unterschiede wurden für Hirse (+2%), Mehrkornmehl (+6%), Maisbrot (+6%) und Hühnerfutter (+7%) gefunden. Die Ergebnisse unterstreichen die Bedeutung der Gesamtfettbestimmung.

### Fazit

Zum ersten Mal wurde die Leistungsfähigkeit eines handelsüblichen Systems für die Bestimmung des Gesamtfettgehaltes in einem internationalen Ringversuch bestätigt. Genauigkeit und Präzisionsdaten der geprüften SoxCap-Methode sind vergleichbar mit anderen gegenwärtig verwendeten internationalen Methoden.

Die Ergebnisse sind für alle Laboratorien, die an einer Validierung und Akkreditierung einer vereinfachten Methode zur Bestimmung des Gesamtfettgehaltes in Getreide, Getreideprodukten und Futtermitteln interessiert sind, von Bedeutung.

### Literaturhinweise:

- [1] [www.foss.dk](http://www.foss.dk)
- [2] *Applikationsbericht für das SoxCap System von FOSS*
- [3] *vorläufige EN ISO/DIS 7302 Cereals and animal feeding stuff – Determination of the fat content (veröffentlicht 2007)*
- [4] *ISO 5725-2 Accuracy (trueness and precision) of measurements methods and results – Part 2: Basic method for the determination of repeatability and reproducibility of a standard measurement method*

von Dr. Jürgen Möller, Laborleiter, FOSS

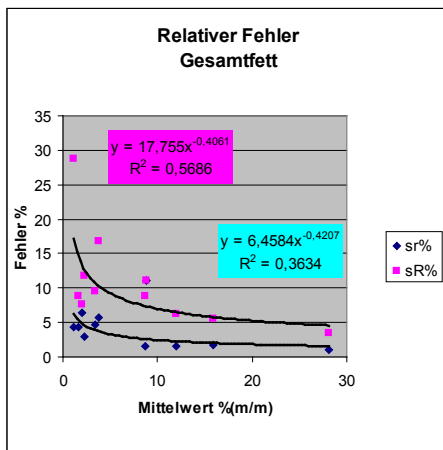


Abb. 1: Relative Fehler bei der Bestimmung des Gesamtfettgehaltes mit dem SoxCap-System

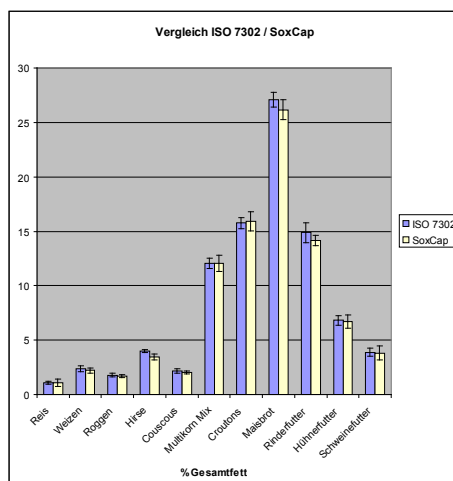


Abb. 2: Mittelwerte für den Gesamtfettgehalt nach ISO/DIS 7302 und SoxCap (Die Fehlerbalken zeigen die Wiederholbarkeitsstandardabweichung)

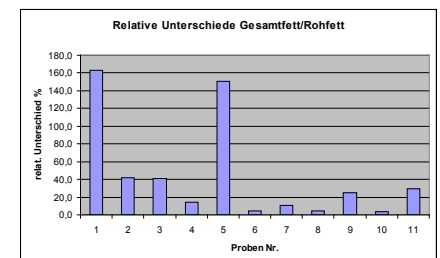


Abb. 3: Relative Unterschiede zwischen Gesamtfett- und Rohfettgehalten.