

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

Herausgeber: Bundesamt für Gesundheit

Band: 73 (1982)

Heft: 1

Artikel: Enzymatische Ethanol-Bestimmung in Glace- und Schokoladeprodukten = Enzymatic determination of ethanol in ice cream and chocolate products

Autor: Kohler, P.

DOI: <https://doi.org/10.5169/seals-983438>

Nutzungsbedingungen

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

Conditions d'utilisation

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

Terms of use

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

Download PDF: 31.03.2025

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

P. Kohler, Kantonales Laboratorium, Solothurn

Enzymatische Ethanol-Bestimmung in Glace- und Schokoladeprodukten

Enzymatic Determination of Ethanol in Ice Cream and Chocolate Products

Einleitung

Nach den Gesetzen über das Gastgewerbe und den Handel mit geistigen Getränken ist es untersagt, in alkoholfreien Gastbetrieben alkoholhaltige Speisen, Zubereitungen und Getränke abzugeben. Bei ihrer Tätigkeit mußten unsere Lebensmittelinspektoren jedoch feststellen, daß in solchen Betrieben in zunehmendem Maße alkoholhaltige Speisen angeboten werden.

Alkoholika werden dabei zur Zubereitung von Glace- und Coupespezialitäten (Coupe Rumtopf usw.) verwendet, finden sich in diversen Konditoreiwaren (Williams-, Kirschtorten, Rum-Savarin) oder sind in warme Speisen verarbeitet.

Die Tatsache, daß solche Speisen in Fachorganen für das alkoholfreie Gastgewerbe angepriesen werden (1, 2), verleitet wohl manchen Betriebsverantwortlichen dazu, diese Produkte zu führen, ohne sich über deren Zulässigkeit Gedanken zu machen. Zudem wird immer wieder versichert, daß die verwendeten Alkoholika ausschließlich als Aromakomponenten verwendet werden. Da dabei in den genossenen Speisen möglicherweise erhebliche Alkoholgehalte auftreten und z. B. Automobilisten zu unliebsamen Erfahrungen verhelfen können, schien es uns wichtig, einen Überblick über den Alkoholgehalt in Konditorei- und Confiturwaren zu gewinnen.

Methodenwahl

Da eine destillative Abtrennung des Alkohols aus Speisen, in welche dieser homogen verarbeitet ist, kaum in Frage kam, schied von vorneherein eine pyknometrische Bestimmung aus. Das auch deshalb, weil bei zu erwartenden Gehalten von ca. 0,1—5% (g/g) die mitdestillierten flüchtigen Bestandteile einen zu großen Einfluß auf die Dichte ausgeübt hätten. So entschlossen wir uns für eine enzymatische Methode, weil hier eine destillative Abtrennung nicht nötig ist und die Methode sich zudem durch Selektivität und sehr kurze Analysenzeiten auszeichnet.

Enzymatische Ethanolbestimmungen sind seit einiger Zeit vor allem in der Getränkeanalytik verbreitet (2–5). Über Probenvorbehandlungen für pasteuerte und feste Lebensmittel finden sich allerdings nur dürftige Angaben.

Als wesentlicher Punkt erschien uns die Gefahr von Verlusten durch Verdunstung. Nachdem wir erfahren mußten, daß bei Dichtemessungen mit dem PAAR-Gerät aus offenen Gefäßen beträchtliche Mengen Ethanol verdunsteten, suchten wir nach einer Methode, welche diese Gefahr auf ein Minimum beschränken sollte.

Verschiedene Versuche, das Probenmaterial am Rückfluß zu behandeln, führten zu großen Schwankungen bei den Resultaten. Schlußendlich zeigte sich, daß durch eine Kombination von Erwärmen und anschließendem Schütteln im geschlossenen Gefäß der Alkohol quantitativ in die wässrige Phase gebracht werden kann.

Wenn bei der Weiterverarbeitung (Klärung, Filtration, Verdünnung) die Temperatur der Lösung unter 20 °C gehalten wird, kann die Probe praktisch verlustfrei der enzymatischen Messung zugeführt werden.

Methode

Probenvorbehandlung

Geräte

- Infusionsflaschen 250 ml mit Schraubdeckel
- Wasserbad 45 °C
- Schüttelmaschine

Reagenzien

Carrez I: 150 g $K_4 [Fe(CN)_6] \cdot 3 H_2O$ in 1 Liter Wasser lösen

Carrez II: 300 g $ZnSO_4 \cdot 7 H_2O$ in 1 Liter Wasser lösen

Ausführung

- 10–20 g homogenes Probenmaterial in eine 250 ml Infusionsflasche einwiegen.
- 150 ml Wasser zusetzen.
- Verschlossene Flasche 15 min in das Wasserbad 45 °C stellen.
- 15 min in liegender Stellung auf der Schüttelmaschine schütteln.
- Unter fließendem Wasser auf ca. 15 °C abkühlen.
- Quantitativ in einen 250-ml-Meßkolben überführen.
- Mit je 5 ml Carrez I und Carrez II klären und zur Marke auffüllen.
- Durch ein doppeltes Faltenfilter in einen 200-ml-Meßkolben filtrieren.
- Diese Probenlösung ist im verschlossenen Meßkolben haltbar.

Enzymatische Bestimmung

- Probelösung auf die für den Meßbereich notwendige Konzentration (10–100 mg Ethanol/Liter) verdünnen.
- Bestimmung nach Kapitel 61B Methode 2.1 des Schweizerischen Lebensmittelbuches durchführen.

Resultate und Diskussion

Die Untersuchung einer Ethanol-Standardlösung ergab die für enzymatische Analysen erwartete gute Reproduzierbarkeit (Tabelle 1).

Tabelle 1. Reproduzierbarkeit, Wiederfindung aus einer wässrigen Ethanol-Standard-Lösung

Einwaage Ethanol (mg/l)	Gefunden Ethanol (mg/l)	Ethanol in % der Einwaage
31,6	30,3	95,9
	30,2	95,6
	30,1	95,3
	30,0	94,9
	30,4	96,2
	30,2	95,6
\bar{x}	30,2	95,6
s	$\pm 0,14$	$\pm 0,45$
VK	$\pm 0,47\%$	$\pm 0,47\%$
n	6	6

Eine Wiederfindung von 95,5% ist als optimal zu bezeichnen, wenn man bedenkt, daß die Bestimmung zur Einhaltung idealer Reaktionsbedingungen bei 20–25 °C durchgeführt werden muß. Das Verschließen der Küvetten mit Kunststoffdeckeln, um Verdunstungsverluste zu verhindern, bringt dabei keine Verbesserung der Wiederfindung.

Allerdings stellten wir fest, daß mit den verwendeten Enzymen eine Schleichreaktion auftritt. Diese trat bei Leerwert und Probe im gleichen Ausmaß auf und muß auf eine Fremd- oder Nebenaktivität eines der Enzyme oder auf Ethanolspuren in den Reagenzien zurückgeführt werden. Durch Extrapolation der Meßwerte kann diese überlagerte langsame Reaktion jedoch leicht eliminiert werden.

Um den Einfluß der Probenvorbehandlung auf die Resultate zu erfassen, untersuchten wir eine Cognac-Truffemasse. Diese stellte uns ein Confiseur zusam-

men mit der Rezeptur zur Verfügung. Aus dem Alkoholgehalt des verwendeten Cognacs und der Rezeptur errechneten wir einen Sollwert von 2,00% (g/g) Ethanol. Da die Truffemasse bei der Herstellung erwärmt wird, dürfte bedingt durch Verluste der Sollwert nicht ganz erreicht werden. Um trotzdem einen gesicherten Sollwert zu erhalten, verglichen wir die enzymatisch erarbeiteten Werte mit einer gaschromatographischen Bestimmung (6) (Tabelle 2).

Tabelle 2. Reproduzierbarkeit und Vergleich mit der Gaschromatographie an Truffemasse

Einwaage in g	Ethanolgehalt in %	
	enzymatisch	gaschromatographisch
15,07	1,86	1,88
15,40	1,87	1,95
14,83	1,87	1,96
16,12	1,85	1,93
16,35	1,87	2,02
16,51	1,88	1,93
\bar{x}	1,87	1,94
s	$\pm 0,01$	$\pm 0,05$
VK	$\pm 0,55\%$	$\pm 2,36\%$
n	6	6
% des Sollwertes	93,5	97,5

Die Resultate in Tabelle 2 lassen folgende Aussagen zu:

1. Der gegenüber dem Standardversuch (Tabelle 1) nur unwesentlich größere VK beweist, daß während der Aufarbeitung des Probenmaterials keine unkontrollierbaren Verluste auftreten.
2. Die gaschromatographische Bestimmung weist gegenüber der enzymatischen einen um den Faktor 4,3 größeren VK auf. Die Absolutmessung der enzymatischen Methodik zeigt sich somit der gaschromatographischen – Vergleich mit Standardsubstanz – deutlich überlegen, was vor allem in niedrigen Konzentrationsbereichen von großer Bedeutung ist.
3. Der Sollwert nur von rund 1,9% (g/g) wird durch beide Methoden bestätigt.

Mit der vorgestellten Probenvorbehandlung untersuchten wir in der Folge eine Reihe von Produkten wie sie in Tabelle 3 zusammengestellt ist.

Probleme im Zusammenhang mit der Homogenität des Probenmaterials stellten sich dabei nur bei Schokoladeprodukten, welche in Tafelform oder als Einzelstück mit flüssiger Füllung vorlagen. Reproduzierbare Resultate erhält man da-

Tabelle 3. Enzymatisch bestimmter Ethanolgehalt einiger Handelsprodukte

Produkt	Ethanol in % (g/g)
Williams-Truffes-Masse	1,96
Cognac-Truffes	1,20
Rum-Rosettli-Pralinés	0,94
Champagne-Truffes-Masse	3,30
Schokolade Raisins au Rhum I	0,01
Schokolade Raisins au Rhum II	0,35
Schokolade mit Cointreau	0,04
Kirsch-Pralinés	3,29
Cognac-Schokolade	1,96
Kirsch-Schokolade	2,01
Irish Coffee-Schokolade	2,10
Kirsch-Pralinés	3,37
Williams-Schokolade	1,44
Kirschstengeli	3,82
Schokoladefläschchen gefüllt mit Kirsch	0,83
Schokoladefläschchen gefüllt mit Rum	1,30
Schokoladefläschchen gefüllt mit Whisky	1,63
Glace au Marc	1,63
Glace au Grand Marnier	1,32
Glace au Rhum	1,45
Coupe Rumtopf (Eigenfabrikat)	2,23
Coupe Kirsch	0,57
Coupe Jamaïque	1,10
Crème au Grand Marnier	1,47

durch, daß bei der Einwaage grössere Mengen (20–50 g) eingewogen werden und anschließend entsprechend stärker verdünnt wird.

Dank

Wir danken Fräulein *A. Colombo* für die gewissenhafte Ausführung der Bestimmungen.

Zusammenfassung

Es wird eine enzymatische Methode zur Bestimmung von Ethanol in Glace- und Schokoladeprodukten vorgestellt. Zur Vermeidung von Verlusten wird die Extraktion des Ethanols aus dem Probenmaterial in einem geschlossenen Gefäß durchgeführt. Es wurde eine Wiederholstandardabweichung von $S = \pm 0,01$ ($n = 6$) bei 1,87% Ethanol mit einer Wiederfindung von rund 95% festgestellt.

Résumé

Une méthode de dosage enzymatique de l'éthanol dans les glaces et chocolats est décrite. Pour éviter des pertes pendant l'extraction, il est indispensable de disposer d'un système fermé. On a trouvé un écart type reproductibilité $S = \pm 0,01$ ($n = 6$) pour 1,87% d'éthanol et un taux de recouvrement de 95%.

Summary

A method for determination of ethanol in ice cream and chocolate products is presented. Ethanol is extracted from the sample in a closed flask and determined by enzymatic reactions. The standard deviation is ± 0.01 ($n = 6$) for 1.87% ethanol and the recovery is 95%.

Literatur

1. Die alkoholfreie Gaststätte. Offizielles Organ des schweizerischen Verbandes alkoholfreier Gaststätten, **45**, Heft 6, S. 12–13; Heft 7/8, S. 9 ff. (1981).
2. Tanner, H. und Brunner, E. M.: Zur Bestimmung des in alkoholfreien Getränken und in Aromadestillaten enthaltenen Äthylalkohols. Mitt. Gebiete Lebensm. Hyg. **55**, 480–487 (1965).
3. Quast, P.: Weitere Notwendigkeiten und Möglichkeiten der Fruchtanalyse beim Apfel. Mitt. Obstbauversuchsring des Alten Landes **9**, 293–301 (1978).
4. Beutler, H. O. und Michal, G.: Neue Methode zur enzymatischen Bestimmung von Ethanol in Lebensmitteln. Z. anal. Chem. **284**, 113–117 (1977).
5. van Steenbergen-Horrocks, W. und Willems J. H. S.: Eine automatisierte enzymatische Methode zur Bestimmung von Ethanol in alkoholischen Getränken. Z. Lebensm. Untersuch.-Forsch. **168**, 112–114 (1979).
6. Gaschromatographische Bestimmung von höheren Alkoholen. Methode des Kantonalen Laboratoriums Basel-Landschaft, Liestal.

Dr. P. Kohler
Kant. Laboratorium
Kapuzinerstrasse 9
CH-4500 Solothurn

M. Pelletier, M. Martin et W. Haerdi, Université de Genève, Genève

Dosage de l'éthanol dans le sang par la méthode enzymatique et comparaison avec les techniques chromatographiques en phase gazeuse

Cette communication a déjà été l'objet d'une publication dans cette revue (voir Trav. chim. aliment. hyg. **72**, 194–215, 1981).

M. Ugrinovits, Wander AG, Neuenegg

Die Bestimmung des nicht verwertbaren organischen Anteils in Lebensmitteln

Determination of the Not Utilized Organic Fraction of Food

Ergebnisse von Ringversuchen nach der Neutraldetergentienmethode mit Alpha-Amylase nach Robertson-Van Soest, modifiziert

Das Problem der Bestimmung des unverdaulichen Anteils eines Nahrungsmittels beschäftigt die Chemiker schon seit langer Zeit. Bereits am Anfang des letzten Jahrhunderts wurden im Laboratorium von Justus Liebig in Gießen Mais, Gerste und pflanzliche Stoffe untersucht und dabei der Anteil an «Fasern» bestimmt. So hat z. B. *E. M. Horsford* in Gießen als erster die kombinierte Hydrolyse mit Salzsäure und Natronlauge zur Faserbestimmung angewandt (1). Diese Methode wurde dann weiter verfeinert bzw. modifiziert (Weenden, Bellucci, Scharer-Kürschner usw.) und ist bis heute im Schweiz. Lebensmittelbuch (LMB) präsent geblieben (2).

Wegen der Bedeutung, welche die Ernährungsphysiologen dem Faseranteil in der Nahrung zur Verhütung von Zivilisationskrankheiten heute zuschreiben, können diese Methoden nicht mehr befriedigen. Sie erfassen im wesentlichen nur die Cellulose, also nur ca. einen Viertel aller unverdaulichen Stoffe. Eine kritische Übersicht über weitere gebräuchliche Methoden zur Faserbestimmung hat *T. F. Schweizer* bereits 1979 an der 91. Jahrestagung unserer Gesellschaft in Lugano gegeben (3). Doch nicht nur die Anzahl der Methoden ist fast unüberschaubar, auch die Nomenklatur der zu bestimmenden Stoffgruppe ist verwirrend. Ich darf nur die Begriffe Rohfaser, Nahrungsfaser, Diätfaser, Ballaststoffe, Unverdauliches usw. erwähnen. Aus diesem Grunde hat die LMB-Hauptkommission — nach längerer Diskussion — unseren Vorschlag «*Unverdaulicher organischer Anteil*» angenommen. Da dieser Begriff aber in der Tierernährung schon für eine andere Methode verwendet wird, haben wir uns für den Begriff «*Nicht verwertbarer organischer Anteil*» (NVOA) entschieden. Sollte sich eine einheitliche Bezeichnung durchsetzen, kann diese selbstverständlich auch bei unserer Methode angewendet werden.

Das Problem der Bestimmung des «Fasernanteils» beschäftigte auch unsere Subkommission, als die Revision des Kapitels «Diätetische Lebensmittel» in

Angriff genommen worden ist. Die Subkommission hat deshalb den Beschluß gefaßt, eine geeignete Methode in einem Ringversuch zu testen. Dies betraf die enzymatische Methode von *Weinstock-Benham* (4). Der nicht verwertbare Anteil wird hierbei nach einer Petroleumbenzinextraktion und einem Amylase- und Pankreatinabbau gewonnen. Die Resultate waren befriedigend, nur der große Zeitaufwand von 3 Tagen sprach gegen die Einführung als Routinemethode. Deshalb mußte eine weitere Methode geprüft werden.

Als nächste haben wir die Originalmethode von *Robertson-Van Soest* getestet (5). Mit Knäckebrot war das Resultat des Ringversuchs befriedigend, bei anderen Produkten, wie z. B. bei einem Gemüsepräparat (Kindernährmittel), konnte die Bestimmung gar nicht durchgeführt werden, weil der Rückstand schleimig und unfiltrierbar war.

Da das Prinzip der Methode aufgrund der Beurteilung der beteiligten Laboratorien für eine Routineuntersuchung jedoch geeignet erschien, suchten wir nach Verbesserungsmöglichkeiten, um das Verfahren universell anwendbar zu machen.

Im Kantonalen Laboratorium Bern und in der Zentralanalytik Wander wurden einige Modifikationen und Änderungen durchgetestet, bis wir zur jetzigen Lösung gelangten. Abbildung 1 zeigt den Arbeitsablauf im Vergleich zur Ori-

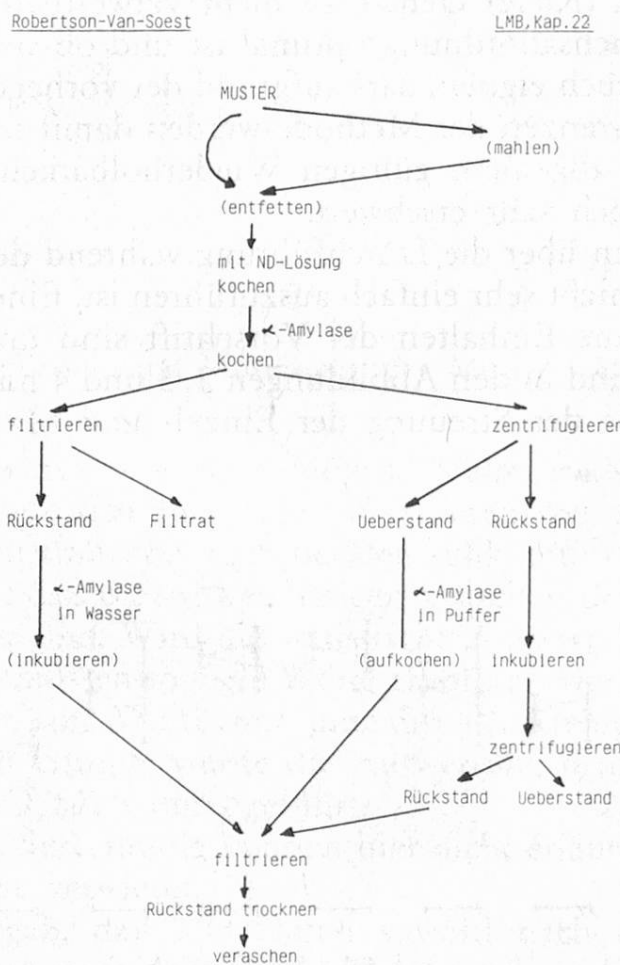


Abb. 1. Analysenschema der Originalmethoden Robertson-Van Soest und LMB

ginalmethode. Die wesentlichste Neuerung bei unserer Methode ist, daß der Rückstand nach der Fettextraktion und der Behandlung mit Neutraldetergentien und Amylase zuerst zentrifugiert, der Rückstand mit Amylase weiterbehandelt und erst ganz zum Schluß filtriert wird. Dadurch konnten die ursprünglichen Filtrationsschwierigkeiten vermieden werden.

Die genaue Arbeitsvorschrift ist im neu revidierten Kapitel 22 «Diätetische Lebensmittel» des Schweiz. Lebensmittelbuches beschrieben (6).

Diese Methode wurde in einem dritten Ringversuch in folgenden Laboratorien getestet:

- Bundesamt für Gesundheitswesen, Bern
- Galactina AG, Belp
- COOP Zentrallaboratorium, Basel
- Institut für Ernährungsforschung der Stiftung «Im Grüene», Rüslikon
- Kantonales Laboratorium, Bern
- Laboratoire de contrôle Nestec, La Tour-de-Peilz
- Migros-Genossenschaftsbund, Zentrallaboratorium, Zürich
- Wander AG, Forschung und Entwicklung Nahrungsmittel, Zentralanalytik, Neuenegg

Als Testsubstanz wählten wir 3 Muster, und zwar eines mit einem extrem tiefen (Gemüsepräparat), eines mit einem mittleren (Knäckebrot) und eines mit einem sehr hohen (Kleie) Gehalt an nicht verwertbarem organischem Anteil.

Ob diese Versuchsanordnung optimal ist und ob sich solche Extremgehälter für einen Ringversuch eignen, darf aufgrund der vorliegenden Resultate bezweifelt werden. Die Grenzen der Methode werden damit jedenfalls aufgezeigt. Die Berechnung einer allgemein gültigen Wiederholbarkeit und Vergleichbarkeit wird dadurch jedoch sehr erschwert.

Die Erfahrungen über die Durchführung während des Ringversuchs zeigten, daß die Methode nicht sehr einfach auszuführen ist. Eine gewisse Einarbeitungszeit und das genaue Einhalten der Vorschrift sind unbedingt notwendig.

Die Resultate sind in den Abbildungen 2, 3 und 4 mit den Einzelwerten und Mittelwerten sowie der Streuung der Einzel- und Mittelwerte dargestellt.

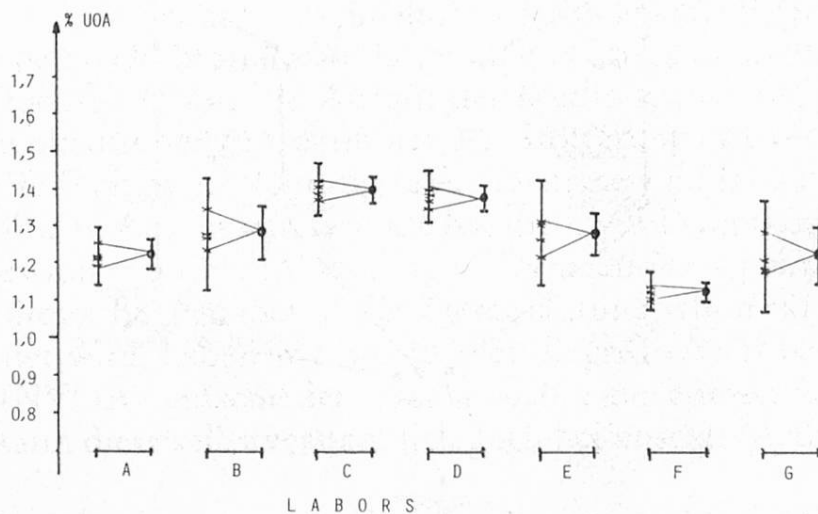


Abb. 2. Einzel- und Mittelwerte des Musters «Gemüsepräparat»

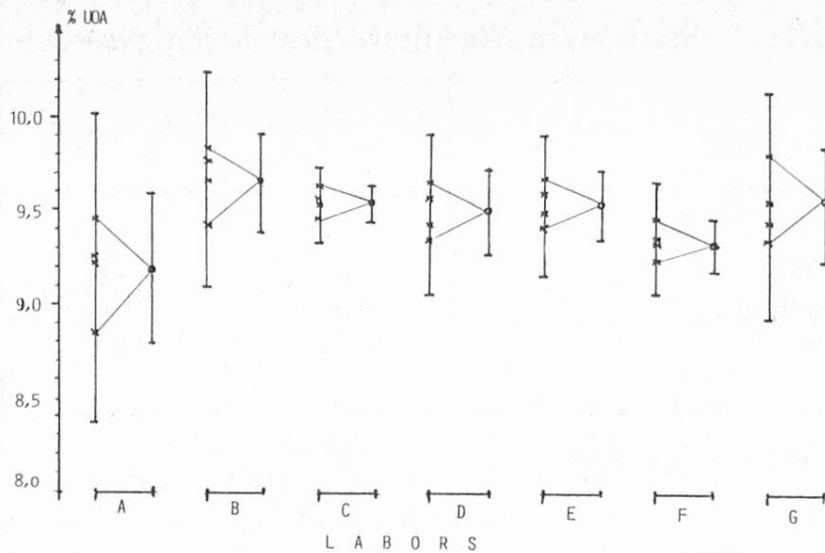


Abb. 3. Einzel- und Mittelwerte des Musters «Knäckebrötchen»

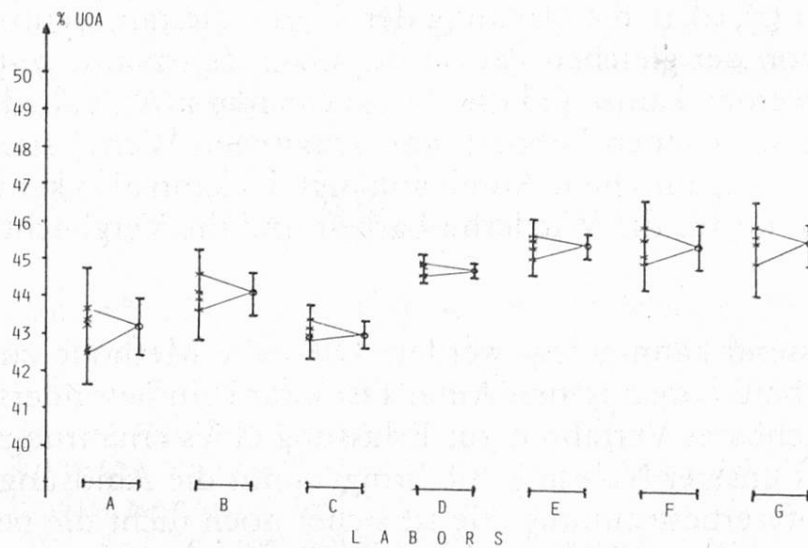


Abb. 4. Einzel- und Mittelwerte des Musters «Kleie»

Die statistische Auswertung erfolgte durch E. Walter im Kantonalen Laboratorium Bern. Leider zeigte sich auch hier — wie bereits bei anderen Ringversuchen unserer Subkommission und auch bei der Subkommission 26 (Enzymatische Bestimmungen) —, daß die Abweichungen zwischen den Mittelwerten der Laboratorien signifikant sind. Wird die statistische Auswertung nach Kapitel 60 des LMB durchgeführt, müssen so viele Werte eliminiert werden, daß eine nicht mehr repräsentative Anzahl Werte mit unrealistisch kleiner Vergleichbarkeit übrigbleibt. Aus diesem Grunde wurde die Auswertung nicht nach Kapitel 60, sondern nach DIN, ISO 5725 durchgeführt.

Das Prinzip und die Berechnung können hier nicht erläutert werden; es wird auf die Originalliteratur verwiesen (7).

Die Auswertung ergab, daß alle Daten sowohl nach dem Cochran-Test (max. Variation) wie auch nach dem Dixon-Test (extreme Mittelwerte) akzeptabel waren.

Tabelle 1. Statistische Resultate des 3. Ringversuches

	Gemüsepräparat g/100 g	Knäckebrot g/100 g	Kleie g/100 g
Gesamtmittelwert (X)	1,26	9,48	44,53
Wiederholbarkeit (r)	0,098	0,45	0,96
Vergleichbarkeit (R)	0,28	0,60	3,26

Nichtverwertbarer organischer Anteil.

Die zusammengefaßten Resultate sind in der Tabelle 1 dargestellt. Aus diesen Resultaten geht eindeutig hervor, daß die mit der neuen Methode erreichbare Wiederholbarkeit (r), (d. h. die Streuung der Werte, die mit identischer Probe im gleichen Labor von der gleichen Person in kurzer Zeitspanne mit gleicher Ausrüstung erreicht werden kann) und die Vergleichbarkeit (R) (d. h. die mit der gleichen Probe in verschiedenen Laboratorien erhaltenen Werte) stark vom Gehalt an unverdaulichem organischem Anteil abhängt. Es kann also kein absoluter, allgemein gültiger Wert für die Wiederholbarkeit und die Vergleichbarkeit angegeben werden.

Zusammenfassend kann gesagt werden: Die neue Methode zur Bestimmung des nicht verwertbaren organischen Anteils ist zwar kein besonders einfaches, dafür aber ein brauchbares Verfahren zur Erfassung eines ernährungsphysiologisch wichtigen Anteils unserer Nahrung. Sie bringt somit die Ablösung der heute unbrauchbaren Rohfaserbestimmung. Sie ist sicher noch nicht die perfekte Lösung des Problems, da mit ihr z. B. die nicht verwertbaren, löslichen Anteile nicht erfaßt werden, unserer Meinung nach aber ist sie ein vertretbarer Kompromiß zwischen Arbeitsaufwand und erhaltenem Resultat.

Zusammenfassung

Im Rahmen der Schweiz. Lebensmittelbuch-Subkommission 5 (Diätetische Lebensmittel) wurden 3 Ringversuche zur Bestimmung des nicht verwertbaren organischen Anteils in Lebensmitteln durchgeführt.

Beim ersten Ringversuch wurde die Methode von Weinstock-Benham angewendet. Die Resultate waren befriedigend, nur der Zeitaufwand war zu groß.

Als nächstes wurde die Originalmethode Robertson-Van Soest getestet (Neutraldetergentien mit Amylasebehandlung). Bei einigen Produkten konnte die Bestimmung wegen Verstopfungen des Filters nicht durchgeführt werden. Durch einige Änderungen (Zentrifugation statt Filtration, Nachbehandlung mit Amylase in Pufferlösung) konnten wir die Methode universell anwendbar machen. Die Daten der statistischen Auswertung dieser Me-

thode im 3. Ringversuch mit drei Produkten (niederer, mittlerer und hoher Anteil an nicht verwertbarem organischem Anteil) werden mitgeteilt.

Résumé

La sous-commission 5 du Manuel suisse des denrées alimentaires (aliments diététiques) a organisé trois essais comparatifs pour doser la fraction organique non utilisée dans les aliments.

Pour le premier essai la méthode de Weinstock-Benham a été évaluée. Bien que les résultats aient été satisfaisants, le temps nécessaire pour le dosage est excessif.

Le second essai concernait la méthode originale de Robertson-Van Soest (détergents neutres et traitement à l'amylase). Pour quelques produits il n'était pas possible d'obtenir de résultat, la filtration étant impossible. Aussi nous avons introduit quelques modifications méthodiques: La filtration a été remplacée par une centrifugation, et un second traitement à l'amylase en solution tamponnée fût appliqué. La méthode est ainsi devenue universellement applicable. Trois produits différents, avec une teneur basse, moyenne et élevée en matières organiques non digestibles, ont été vérifiés dans un troisième essai comparatif. Les résultats et l'évaluation statistique sont présentés.

Summary

The sub-committee Nr. 5 of the Swiss Food Manual (dietetic food) has organized 3 collaborative studies for the determination of the not utilized organic fraction of food.

In the first study the Weinstock-Benham method was used. The results were satisfactory, but the method is rather time consuming.

In the next study the original method of Robertson-Van Soest was evaluated (neutral detergents and amylase treatment). With some of the tested products no results at all could be obtained because the filters were obstructed. Therefore we introduced some methodical changes: Filtration was replaced by centrifugation, and a second treatment with buffered amylase solution was applied. Using this mode the method was universally applicable. Three different products, with low, medium and high contents of undigestible fractions, were analysed in the third collaborative test. The results and the statistical evaluations are presented.

Literatur

1. *Horsford, E. M.*: Philos. Mag. **28**, 268 (1846).
2. Schweiz. Lebensmittelbuch 1. und 2. Band. Eidg. Drucksachen- und Materialzentrale, Bern 1964.
3. *Schweizer, T. F.*: Die Bestimmung von Ballaststoffen. Mitt. Gebiete Lebensm. Hyg. **71**, 25–37 (1980).
4. *Weinstock, A.* and *Benham, G. H.*: The use of enzyme preparation in the crude fiber determination. Cereal Chem. **28**, 490–497 (1951).
5. *Robertson, J. B.* and *Van Soest, P. J.*: Dietary fiber estimation in concentrated feedstuffs. J. Anim. Sci. **45** (Suppl. 1), 254–255 (1977).

6. Schweiz. Lebensmittelbuch Band 2, Kapitel 22 «Diätetische Lebensmittel», revidierte Auflage 1982. Eidg. Drucksachen- und Materialzentrale, Bern.
7. DIN (Deutsche Normen), Entwurf: DIN-ISO 5725, März 1978.

M. Ugrinovits
Wander AG
FEN-Zentralanalytik
CH-3176 Neuenegg