

Zeitschrift: Mitteilungen aus dem Gebiete der Lebensmitteluntersuchung und Hygiene = Travaux de chimie alimentaire et d'hygiène
Herausgeber: Bundesamt für Gesundheit
Band: 79 (1988)
Heft: 1

Artikel: Ringversuch zur enzymatisch-gravimetrischen Bestimmung der Gesamtnahrungsfasern in Lebensmitteln = Collaborative study for the enzymatic, gravimetric determination of total dietary fibre in foods
Autor: Schweizer, T.F. / Walter, E. / Venetz, P.
DOI: <https://doi.org/10.5169/seals-982574>

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: 06.05.2025

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

Ringversuch zur enzymatisch-gravimetrischen Bestimmung der Gesamtnahrungsfasern in Lebensmitteln

Collaborative Study for the Enzymatic, Gravimetric Determination of Total
Dietary Fibre in Foods

*T. F. Schweizer**, *E. Walter*** und *P. Venetz****

Einleitung

Im Zusammenhang mit dem grossen Interesse, das den Nahrungsfasern von Wissenschaft, Lebensmittelindustrie und Konsumenten entgegengebracht wird, besteht schon seit Jahren ein starkes Bedürfnis nach einer zuverlässigen und robusten Methode zur Bestimmung der Gesamtnahrungsfasern in Lebensmitteln.

Von den vielen vorgeschlagenen Methoden eignen sich die meisten nicht für die Praxis (Produktekontrolle, -deklaration und -überwachung in Industrie und amtlichen Laboratorien), da sie entweder zu aufwendig sind oder nur Teile der Gesamtnahrungsfasern erfassen (1–3). Letzteres trifft zum Beispiel für die sogenannte Neutraldetergenzien(NDF)-Methode zu, die vor einigen Jahren als amtliche Methode in der Schweiz und in der Bundesrepublik Deutschland eingeführt wurde (4, 5), da sie nur unlösliche Nahrungsfasern erfasst.

Im Rahmen der AOAC (Association of Official Analytical Chemists) wurde nun kürzlich eine enzymatisch-gravimetrische Methode genehmigt, welche mit einem zumutbaren Arbeitsaufwand verbunden ist und trotzdem die Nahrungsfasern weitgehend vollständig erfasst (6, 7).

Dieses Verfahren erschien geeignet, die NDF-Methode zu ersetzen. Obwohl es bereits in zwei internationalen Ringversuchen geprüft worden war (8, 9), hielten wir es für notwendig, die Methode in einigen Punkten zu überarbeiten. Insbesondere hofften wir, die in der Literatur beschriebenen Wiederhol- und Ver-

* Nestlé Forschungszentrum, Nestec AG, Vers-chez-les-Blanc, Lausanne

** Kantonales Laboratorium, Bern

*** Qualitätssicherungsabteilung, Nestec AG, Vevey

Mitarbeiter: R. Amadò, H. Baumann, H. Brenner, G. Cherix, M. Cuttat, A. Etournaud, J.-C. Jacometti, G. Kiss, P. Kohler, E. R. Merk, P. Scheffeldt, U. Vögeli, H. R. Weilenmann, B. Zimmerli, K. Zürcher.

gleichbarkeiten (9) zu verbessern, indem wir die sehr knapp gehaltene AOAC-Arbeitsvorschrift detaillierter ausformulierten und mit wichtigen Hinweisen versehen.

In der vorliegenden Arbeit berichten wir über die Ergebnisse des Ringversuchs, aufgrund dessen die modifizierte AOAC-Methode ins Schweizerische Lebensmittelbuch aufgenommen und veröffentlicht wurde (10).

Experimentelles

Untersuchungsmaterial

Jedem Teilnehmer am Ringversuch wurden vier Muster zugesandt, von denen eines als Übungsmuster galt, ein Weizenmehl mit einem Nahrungsfasergehalt von $8,6 \pm 0,4\%$. Die Teilnehmer fanden im Mittel $8,8\%$ ($8,4-9,2\%$) für diese Probe. Die anderen Muster waren

1. ein gekochter und anschliessend walzengetrockneter Milchgetreidebrei mit Früchten, der nebst den Milchbestandteilen 27% helles Weizenmehl und 25% Früchte (Bananen, Ananas, Orangen, Birnen) in der Trockenmasse enthielt;

2. eine Frühstücksgetreidemischung aus 50% Vollkornweizenmehl, 17% Maismehl, 7% Weizenkleie, 3% entfettetem Sojamehl und 23% faserfreien Inhaltsstoffen;

3. eine getrocknete Gemüsemischung aus 60% Karotten, 23% Kartoffeln und 17% Fenchel.

Die Muster 2 und 3 waren fein vermahlen (Cyclotec-Laborsiebmühle mit Sieb 0,1 mm). Das Muster 1 bestand aus Flocken (Teilchengrößen 0,25–1 mm), die in heissem Wasser zu einem Brei zerfallen. Alle Proben enthielten wenig Fett und waren von den Teilnehmern ohne weitere Probenvorbereitung zu analysieren.

Methode

Die zu prüfende Methode ist in Schema 1 wiedergegeben. Die zugehörige detaillierte Arbeitsvorschrift ist andernorts veröffentlicht worden (10) und entspricht mit Ausnahme eines zusätzlichen Hinweises zu den negativen Aschenwerten bei den Blindproben (vgl. Diskussion) dem den Ringversuchsteilnehmern zugestellten Text. Nebst der bereits erwähnten ausführlicheren Beschreibung weicht sie in folgenden Punkten von der AOAC-Methode (6, 7) ab: a) 80 mM anstatt 50 mM Phosphatpuffer; b) Verwendung von Salzsäure anstatt Phosphorsäure vor dem Stärkeabbau; c) Waschen der Rückstände mit Petroleumbenzin; d) vereinfachte Berechnung der Ergebnisse. Die Änderungen a), b) und d) wurden kürzlich auch anderweitig erprobt (11).

Probenvorbehandlung	trocknen, nötigenfalls entfetten und mahlen
Einwaage	ca. 1 g (4 Einwaagen bei Doppelbest.) 50 ml Phosphatpufferlösung, pH 6,0
Stärkeverkleisterung	100 µl Termamyl 120 L 15 min / ca. 100 °C (kochendes Wasser)
Proteinabbau	10 ml 0,275 n NaOH-Lösung 5 mg Protease 30 min / 60 °C / pH 7,5 / rühren
Stärkeabbau	10 ml 0,350 n HCl-Lösung 300 µl Amyloglucosidase 30 min / 60 °C / pH 4,3–4,7 / rühren
Ausfällung der löslichen Nahrungsfasern	280 ml Ethanol 95 Vol.-% / 60 °C 1 Stunde warten
Filtrieren	Filtertiegel mit 0,9 g Celite 545
Waschen der Rückstände	3 × mit 20 ml Ethanol 78 Vol.-% 2 × mit 10 ml Ethanol 95 Vol.-% 3 × mit 10 ml Aceton 2 × mit 10 ml Petroleumbenzin
Trocknen	über Nacht bei 102 ± 2 °C
Abkühlen und wägen	
Proteinbestimmung <i>P</i> , in mg im ersten Rückstand	ganzen Filtertiegelinhalt verwenden, Kjeldahl, <i>F</i> = 6,25
Aschebestimmung <i>A</i> , in mg im zweiten Rückstand	5 Stunden / 525 °C
Berechnung der Gesamtnahrungsfasern $= \frac{\frac{R_1 + R_2}{2} - P - A - B}{\frac{m_1 + m_2}{2}} \cdot 100$	<i>R</i> = Rückstandsmassen, in mg <i>P</i> = Proteine, in mg <i>A</i> = Aschen, in mg <i>B</i> = Blindwerte, in mg <i>m</i> = Einwaagen, in mg

Schema 1. Analysengang der modifizierten AOAC-Methode

Gewinnung der Analysenresultate

In den meisten Laboratorien wurden die Analysen von Personen durchgeführt, die noch wenig Erfahrung mit enzymatisch-gravimetrischen Nahrungsfarbmethode hatten und zum erstenmal nach der vorliegenden Vorschrift arbeiteten. Alle benötigten Reagenzien und Enzyme mussten von den Teilnehmern selbst bestellt werden. Nach dem Einüben der Methode mit dem Übungsmuster war von jedem Muster eine echte Doppelbestimmung (4 Einwaagen) durchzuführen. Zusätzlich waren drei Blindwerte (6 Ansätze) zu ermitteln, daraus ein mittlerer Blindwert zu errechnen und bei den Endergebnissen zu berücksichtigen. Sämtliche Einzeldaten, auch die Zwischenergebnisse für *R*, *P*, *A* und *B* (vgl. Schema 1), waren einzureichen und wurden zentral ausgewertet.

Auswertung

Von 16 zur Teilnahme angemeldeten Laboratorien reichten 15 die Ergebnisse fristgerecht ein. Ein Teilnehmer (Nr. 3) ermittelte nur einen Blindwert statt drei, ein weiterer Teilnehmer (Nr. 15) nur deren zwei. Zwei Laboratorien reichten mehr als die geforderten Doppelbestimmungen ein. Ihre überzähligen Ergebnisse wurden nicht in die Auswertung miteinbezogen. Bei den vier Teilnehmern, die für negative Aschenwerte (vgl. Diskussion) Null in die Berechnungen eingesetzt hatten, wurden die realen Werte genommen. Die so bereinigten Ergebnisse wurden sowohl mit robusten Methoden nach *Lischer* (12, 13) als auch mit dem herkömmlichen Verfahren nach ISO (14) ausgewertet.

Resultate und Diskussion

Die Einzelergebnisse der 15 teilnehmenden Laboratorien sind in Tabelle 1 aufgeführt und in Abbildung 1 zusammen mit den Labormittelwerten und dem Gesamtmittelwert dargestellt. Bei der Auswertung mit robusten Methoden (12, 13) ergaben sich bei allen Proben auffällige Einzelwerte (Fussnoten a und b in Tabelle 1), die sich bei den Labors 2 und 9 häuften. Die Resultate der statistischen Auswertung sind in Tabelle 2 nach einer neuen Empfehlung der IUPAC (15) in einem Standardformat zusammengefasst.

Die Auswertung nach ISO (14) zeigte lediglich bei Probe Nr. 2 zwei ausreisserverdächtige Werte, sogenannte «stragglers» (14) (Fussnoten c und d in Tabelle 1). Mangels einer eindeutigen Erklärung wurden diese aber nicht eliminiert und somit folgende Kenndaten berechnet (g/100 g):

Probe	1	2	3
<i>m</i>	2,40	10,92	19,79
<i>r</i>	0,85	0,50	1,05
<i>R</i>	1,11	1,43	1,05

Tabelle 1. Einzelergebnisse für Gesamtnahrungsfasern (g/100 g)

Labor-Nr.	Probe					
	1		2		3	
1	2,02	1,74	10,91	10,92	19,80	20,16
2	2,98	2,61	12,00	12,50 a, b, d	19,46	20,80 a
3	1,17	2,31 a, b	10,40	10,46	19,88	19,73
4	2,67	2,89	11,15	11,11	19,69	19,61
5	2,51	2,37	10,75	10,89	19,88	20,26
6	2,43	2,49	10,74	11,09 a	19,29	19,21 b
7	2,64	2,38	11,09	11,26	19,62	19,38
8	2,54	2,61	10,44	10,46	19,84	19,68
9	1,50	2,43 a	11,20	10,51 a, c	19,44	20,55 a
10	2,24	2,23	11,30	11,35	19,86	19,80
11	2,27	2,67	10,06	9,99 b	19,64	20,36
12	2,88	2,84	10,71	10,52	19,67	19,61
13	2,20	2,44	10,96	10,95	19,81	19,61
14	2,28	2,34	11,08	10,93	19,46	19,88
15	2,67	2,55	10,90	10,85	19,66	19,96

a Auffällig grosse Differenz; für die Auswertung modifiziert (12).

b Extremer Mittelwert; für die Auswertung modifiziert (12).

c Nach Cochran-Test ausreisserverdächtige Differenz (14).

d Nach Dixon-Test ausreisserverdächtiger Mittelwert (14).

Vergleicht man diese Ergebnisse mit der robusten Auswertung (Tabelle 2), so fällt auf, dass bei sehr ähnlichen Mittelwerten die Wiederholbarkeiten r und die Vergleichbarkeiten R nach ISO durchwegs grösser sind. Der Grund dafür liegt darin, dass bei der robusten Auswertung extrem liegende Werte modifiziert, das heisst weniger stark gewichtet werden (12, 13).

Da die Ergebnisse bei dieser Analysenmethode aus mehreren Rohdaten (R , P , A und B in Schema 1) zustandekommen, wurden auch diese zur Beurteilung der Daten herangezogen. Dabei fiel auf, dass Labor 9 systematisch höhere und schlechter reproduzierbare Rückstandsgewichte R und Aschen A erhielt als die anderen Teilnehmer. Auch die Proteingehalte P waren deutlich überhöht. Abbildung 2 illustriert dies am Beispiel von Muster 3. Da diese Erscheinung erfahrungsgemäss bei zu hoher Alkohol- und/oder Pufferkonzentration auftritt, wäre es denkbar, dass dieser Teilnehmer die Vorschrift nicht exakt befolgt hatte. Diese Vermutung liess sich nach Rückfrage weder bestätigen noch widerlegen. In einer solchen Situation könnten alle Resultate des betreffenden Teilnehmers trotz unauffälliger Mittelwerte (Abb. 1) ignoriert werden (14). Die Auswertung der verbleibenden 14 Laboratorien nach ISO (14) ergibt beim Cochran-Test ausreisserverdächtige Werte ($p < 0,05$) für Labor 2 bei den Mustern 2 und 3 sowie einen Ausreisser ($p < 0,01$) für Labor 3 bei der Probe 1. Labor 2 fiel auch mit einem ausreisserverdächtigen Mittelwert (Dixon-Test, $p < 0,05$) bei Muster 2 auf. Nach Eli-

mination all dieser verdächtigen Werte würden sich für die jeweils verbleibenden 13 Labors nach ISO (14) folgende Resultate ergeben (g/100 g):

Probe	1	2	3
m	2,48	10,82	19,74
r	0,42	0,27	0,60
R	0,80	1,01	0,75

Diese maximal bereinigten Kenndaten r und R liegen teilweise deutlich tiefer als die robust geschätzten Werte in Tabelle 2. Da nun aber insgesamt 13% aller eingereichten Daten nicht mehr berücksichtigt sind, ist das Risiko gross, die Präzision der Methode zu optimistisch zu beurteilen. Daher werden die robusten Kenndaten von Tabelle 2 von uns bevorzugt und als repräsentativ betrachtet.

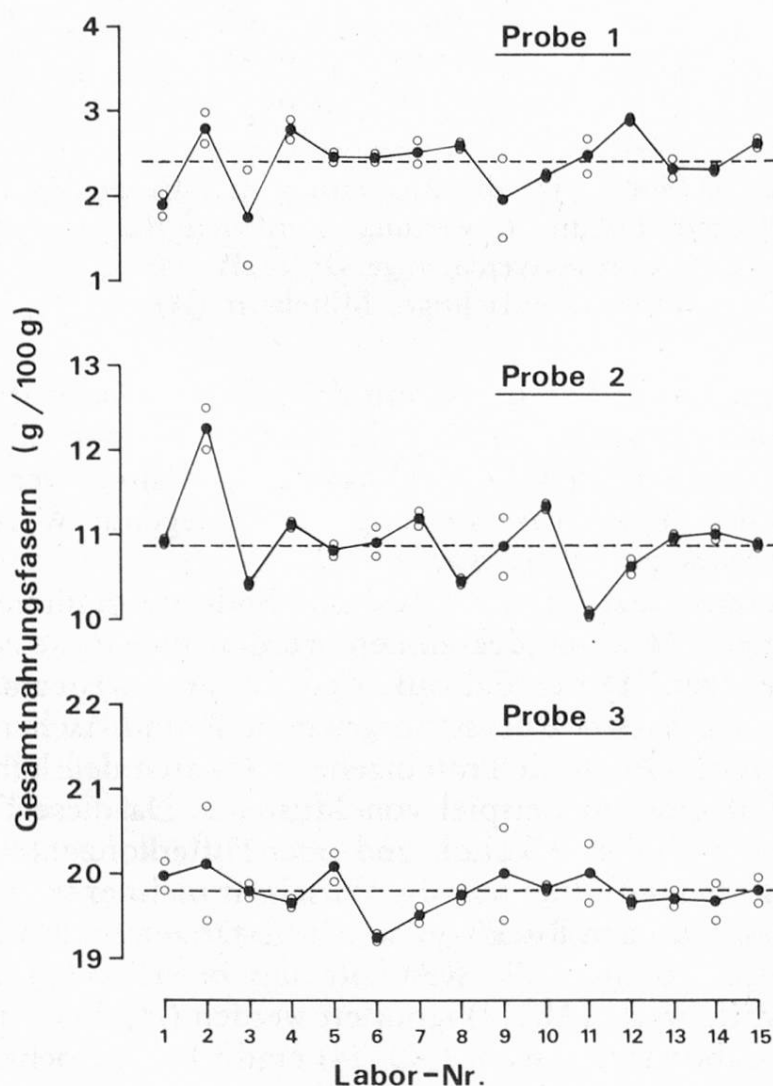


Abb. 1. Einzelwerte (○) und Mittelwerte (●) der Laboratorien, sowie Mittelwert m (----) der Bestimmung von Gesamtnahrungsfasern

Tabelle 2. Ringversuchsergebnisse in Standard-Format (15)

Die Subkommission 5 des Schweiz. Lebensmittelbuches organisierte im Jahr 1986 einen nationalen Ringversuch zur Bestimmung der Gesamtnahrungsfasern in Lebensmitteln, bei dem 15 Laboratorien je zwei Parallelbestimmungen durchführten. Der Ringversuch führte aufgrund der robusten Auswertung (12, 13) zu folgenden statistischen Resultaten:				
Probe	Nr. Beschreibung	1 Milchgetreidebrei mit Früchten (Pulver)	2 Getreide- mischung	3 Gemüsemischung getrocknet
Anzahl Laboratorien nach Elimination von Ausreissern		15	15	15
Anzahl Ausreisser		0	0	0
Anzahl modifizierte Werte		3	5	3
Mittelwert m Wahrer Wert oder Sollwert		2,41 g/100 g unbekannt	10,88 g/100 g unbekannt	19,80 g/100 g unbekannt
Wiederhol- Standardabweichung s_r		0,23 g/100 g	0,12 g/100 g	0,31 g/100 g
Wiederhol- Variationskoeffizient VK_r		9,5%	1,1%	1,6%
Wiederholbarkeit $(2,8 \times s_r)$ r		0,64 g/100 g	0,34 g/100 g	0,87 g/100 g
Vergleichs- Standardabweichung s_R		0,39 g/100 g	0,37 g/100 g	0,32 g/100 g
Vergleichs- Variationskoeffizient VK_R		16,2%	3,4%	1,6%
Vergleichbarkeit $(2,8 \times s_R)$ R		1,09 g/100 g	1,04 g/100 g	0,90 g/100 g
Präzisionsverhältnis r/R		0,59	0,33	0,97

Die nähere Betrachtung der Wiederholbarkeiten liess zunächst vermuten, die Probe 1 könnte trotz aller Vorsichtsmassnahmen nicht homogen gewesen sein. Mit $r = 0,64$ liegt ihre Wiederholbarkeit bei geringerem Mittelwert deutlich höher als bei Probe 2 ($r = 0,34$). Eine Nachprüfung der Probe 1 in einem routinieren Laboratorium ergab aber keinerlei Anhaltspunkte für eine Inhomogenität (Tabelle 3). Vielmehr zeigte es sich, dass die Wiederholstandardabweichung von 0,08 g/100 g wesentlich tiefer ist als die im Ringversuch erreichten 0,23 g/100 g.

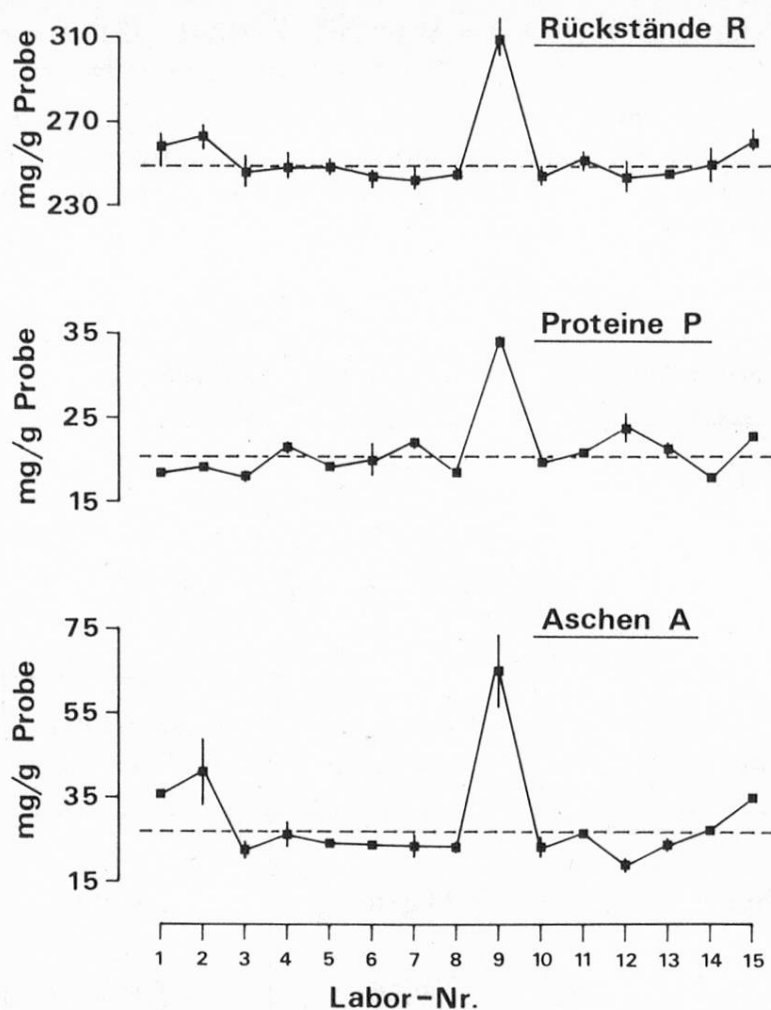


Abb. 2. Rückstandsgewichte *R*, Aschengehalte *A* und Proteingehalte *P* bei Probe 3 (Mittelwerte und Wertebereiche, ■), standardisiert auf 1000,0 mg Probeneinwaage sowie Gesamtmittelwerte ohne Labor Nr. 9 (-----)

Tabelle 3. Ergebnisse der Homogenitätsprüfung der Probe 1 (Mittelwerte $\bar{x}$ und Standardabweichungen s)^a

	Rückstände (mg)		Protein (mg)		Asche (mg)		Nahrungsfasern (%)	
	I	II	I	II	I	II	I	II
$\bar{x}$	70,57	70,53	27,94	27,82	10,82	10,34	2,73	2,77
s	0,86	0,86	0,50	0,68	0,62	1,23	0,07	0,08

- a Ein Muster von 100 g wurde in einem verschlossenen Behälter durch Klopfen und Vibrieren entmischt und mit der Post an das analysierende Labor versandt. Dieses entnahm, ohne zu mischen, 10 Proben à 1 g aus dem obersten Teil des Musters zur Bestimmung der Nahrungsfasern (I). Die restliche Menge wurde fein vermahlen und im Behälter wieder gemischt. Anschliessend wurden nochmals 10 Proben zur Bestimmung entnommen (II). Der Blindwertabzug betrug einheitlich 4,7 mg. Die Angaben für *R*, *P* und *A* sind auf 1000,0 mg Einwaage bezogen.

Möglicherweise lässt sich deshalb die erhöhte Wiederholbarkeit von Probe 1 mit mangelnder Übung der Teilnehmer erklären, die sich bei geringen Rückstandsgewichten besonders stark auswirken kann. So wurden bei der Probe 1 die Richtwerte für die zulässigen Unterschiede zwischen zwei Rückständen (10) in 11 von 30 Fällen überschritten gegenüber nur 4 von 30 Fällen bei den anderen Proben.

Acht Laboratorien erhielten bei der Blindprobe negative Werte für die Asche, im Mittel $-2,1$ mg (Bereich: $-0,2$ mg bis $-5,2$ mg). Dies konnte in Kontrollexperimenten eindeutig auf geringe Celiteverluste zurückgeführt werden, die beim Filtrieren und Waschen durch G2-Tiegel auftreten können. Da aber diese Verluste zweifellos auch bei den Proben auftreten, werden sie dank des Blindwertabzugs weitgehend kompensiert, sofern negative Aschen in die Berechnung mit einbezogen werden. Zwar könnten mit G3-Tiegeln solche Verluste vermieden werden. Ihr geringes Ausmass und die Tatsache, dass mit G3-Tiegeln die Filtriergeschwindigkeit deutlich geringer wird, sprechen aber für die Beibehaltung der G2-Tiegel.

Eine lineare Abhängigkeit der Wiederholbarkeit r oder der Vergleichbarkeit R vom Gehalt an Gesamtnahrungsfasern lässt sich bei dieser Methode in Übereinstimmung mit früheren Erfahrungen (9, 11) nicht feststellen. Für die modifizierte Methode, wie sie nun vorliegt (10), können daher als mittlere Werte folgende Grössen verwendet werden:

Wiederholbarkeit r : $0,62$ g/100 g
Vergleichbarkeit R : $1,01$ g/100 g

Im hier beschriebenen Ringversuch wurden, allerdings mit nur 3 Proben, deutlich bessere Resultate erreicht als beim AOAC-Ringversuch (9). Wertet man nämlich die Daten des letzteren ebenfalls nach robusten Methoden aus, ergeben sich aus 9 Proben eine mittlere Wiederholbarkeit r von $1,47$ g/100 g (Bereich $0,50$ – $3,28$) und eine mittlere Vergleichbarkeit von $2,08$ g/100 g ($0,88$ – $3,56$), wobei nur bei einer einzigen der neun Proben r und R kleiner waren als die von uns gefundenen mittleren Werte.

Somit wurden die einleitend erwähnten Ziele des Ringversuchs erreicht. Wir schreiben dies in erster Linie der im Vergleich mit dem Originaltext (9) ausführlicher formulierten und mit Hinweisen versehenen Arbeitsvorschrift zu. Die Änderung der Phosphatpufferkonzentration von 50 mM auf 80 mM scheint nämlich auf die Präzisionsdaten keinen wesentlichen Einfluss zu haben (11). Sie wurde vielmehr vorgenommen, um die Methode noch robuster zu machen. Bei stark sauren Produkten, zum Beispiel bei Fruchtkonzentraten, werden nämlich die vorgeschriebenen pH-Werte mit dem 50 mM Puffer nicht ohne Korrektur erreicht. Entsprechend muss aber zur Einstellung des pH vor dem Stärkeabbau Salzsäure anstelle von Phosphorsäure vorgeschrieben werden. Bei zu hoher Phosphatkonzentration würden bei der anschliessenden Zugabe von Ethanol variable Mengen von Phosphatsalzen mitgefällt (8).

Schlussfolgerung

Dieser Ringversuch hat gezeigt, dass es mit der beschriebenen Methode gelingt, die Gesamtnahrungsfasern mit recht guter Genauigkeit zu bestimmen. Folgerichtig wurde diese Methode ins Schweizerische Lebensmittelbuch aufgenommen. Sie ersetzt dort die Neutraldetergenzien-Methode, die nur die unlöslichen Nahrungsfasern erfasst.

Dank

Für die Teilnahme und Mitarbeit am Ringversuch danken wir den folgenden Damen und Herren: *R. Amadò*, Institut für Lebensmittelwissenschaft, ETHZ, Zürich; *H. Baumann*, Wander AG, Neuenegg; *H. Brenner*, Galactina AG, Belp; *G. Cherix*, Nestec SA, Vevey; *M. Cuttat*, Laboratoire cantonal, Neuchâtel; *A. Etournaud*, Laboratoire cantonal, Epalinges; *J.-C. Jacometti*, Laboratoire cantonal, Genève; *G. Kiss*, Migros Genossenschaftsbund, Zürich; *P. Kohler*, Kantonales Laboratorium, Solothurn; *E. R. Merk*, Kantonales Laboratorium, Frauenfeld; *P. Scheffeldt*, Institut für Ernährungsforschung, Rüslikon; *U. Vögeli*, Kantonales Laboratorium, Bern; *H. R. Weilenmann*, Kantonales Laboratorium, Aarau; *B. Zimmerli*, Bundesamt für Gesundheitswesen, Bern; *K. Zürcher*, Coop Schweiz AG, Basel.

Herrn *P. Lischer*, Eidg. Forschungsanstalt für Agrikulturchemie, Liebefeld-Bern, danken wir für die statistischen Berechnungen.

Herrn *Dr. P. Scheffeldt* danken wir für zusätzliche Untersuchungen zu den negativen Aschenwerten.

Zusammenfassung

Ein enzymatisch-gravimetrisches Verfahren zur Bestimmung der Gesamtnahrungsfasern in Lebensmitteln wurde in einem Ringversuch in 15 Laboratorien an einem Milchgetreidebrei mit Früchten, einer Frühstücksgetreidemischung und einer Gemüsemischung geprüft. Aufgrund der Auswertung der Ergebnisse mit robusten statistischen Methoden ergaben sich Wiederholbarkeiten r von 0,34–0,87 g/100 g und Vergleichbarkeiten R von 0,90–1,09 g/100 g bei Nahrungsfasergehalten von 2,41, 10,88 und 19,80 g/100 g. Diese im Vergleich zu früheren Ringversuchen mit einem ähnlichen Verfahren erheblich besseren Streuungszahlen werden vor allem der ausführlich formulierten und mit Hinweisen versehenen Arbeitsvorschrift zugeschrieben. Die Methode wurde ins Schweizerische Lebensmittelbuch aufgenommen und ersetzt dort die Neutraldetergenzienmethode, die nur die unlöslichen Nahrungsfasern erfasst.

Résumé

Une méthode enzymatique-gravimétrique pour le dosage des fibres alimentaires totales a été vérifiée dans 15 laboratoires lors d'une étude collaborative portant sur une céréale lactée aux fruits, un mélange de céréales pour petit-déjeuner et un mélange de légumes. L'évaluation des résultats avec des méthodes statistiques robustes a donné des répétabilités r de

0,34–0,87 g/100 g et des reproductibilités R de 0,90–1,09 g/100 g pour des teneurs moyennes en fibres alimentaires de 2,41, 10,88 et 19,80 g/100 g. Comparés à des études collaboratives antérieures avec une méthode similaire, ces résultats nettement meilleurs sont sans doute dus à un mode opératoire plus détaillé. La méthode a été adoptée pour le Manuel suisse des denrées alimentaires et remplace ainsi la méthode des fibres détergentes neutres qui ne dose que les fibres insolubles.

Summary

An enzymatic, gravimetric method for the determination of total dietary fibre in foods was tested collaboratively in 15 laboratories with a milk cereal with fruits, a breakfast cereal, and a mixture of vegetables. Upon evaluation of the results with robust statistics, repeatabilities r of 0.34–0.87 g/100 g and reproducibilities R of 0.90–1.09 g/100 g were obtained for average dietary fibre contents of 2.41, 10.88 and 19.80 g/100 g. In comparison with earlier collaborative studies with a similar method these considerably better variability numbers are explained by a carefully detailed method description. The method has been adopted for the Swiss Manual of Foods where it replaces the neutral detergent fibre method which determines insoluble fibre only.

Literatur

1. James, W. P. T. und Theander, O.: The analysis of dietary fiber in food. Marcel Dekker Inc., New York 1981.
2. Schweizer, T. F.: Methoden zur Bestimmung von Nahrungsfasern. In: Amadò, R., und Schweizer, T. F. (Hrsg.), Nahrungsfasern – Dietary fibre, S. 53–73. Academic Press, London 1986.
3. Schweizer, T. F.: Fortschritte in der Bestimmung von Nahrungsfasern. Mitt. Gebiete Lebensm. Hyg. **75**, 469–483 (1984).
4. Schweiz. Lebensmittelbuch, 5. Auflage, 2. Band, Kapitel 22, Methode 8.2. Eidg. Drucksachen- und Materialzentrale, Bern 1982.
5. Bundesgesundheitsamt: Amtliche Sammlung von Untersuchungsverfahren nach § 35 LMBG, Methode 00.00-7 (1983).
6. AOAC Methode 43.A14-A20. J. Assoc. Off. Anal. Chem. **68**, 399 (1985).
7. Changes in methods (sec. 43.A14-A20). J. Assoc. Off. Anal. Chem. **69**, 3709 (1986).
8. Prosky, L., Asp, N.-G., Furda, I., DeVries, J. W., Schweizer, T. F. and Harland, B. F.: Determination of total dietary fiber in foods, food products and total diets: Interlaboratory study. J. Assoc. Off. Anal. Chem. **67**, 1044–1052 (1984).
9. Prosky, L., Asp, N.-G., Furda, I., DeVries, J. W., Schweizer, T. F. and Harland, B. F.: Determination of total dietary fiber in foods and food products: Collaborative study. J. Assoc. Off. Anal. Chem. **68**, 677–679 (1985).
10. Schweiz. Lebensmittelbuch, 5. Auflage, 2. Band, Kapitel 22, Teilrevision S. 59–61.3. Eidg. Drucksachen- und Materialzentrale, Bern 1987.
11. Prosky, L., Asp, N.-G., Schweizer, T. F., DeVries, J. W. and Furda, I.: Determination of insoluble, soluble and total dietary fiber in foods and food products: Collaborative study. J. Assoc. Off. Anal. Chem. (in press).
12. Lischer, P.: Robuste Ringversuchsauswertung. Lebensm. Technol. **20**, 167–172 (1987).

13. Schweiz. Lebensmittelbuch, 5. Auflage, 2. Band, Kapitel 60 (in Vorbereitung).
14. ISO 5725: Precision of test methods — Determination of repeatability and reproducibility for a standard test method by interlaboratory tests, 2nd edition, 1986.
15. *Horwitz, W.*: Harmonized requirements for the design, conduct and interpretation of collaborative studies. Pure Appl. Chem. 1988 (in press).

Dr. T. F. Schweizer
Nestlé Forschungszentrum
Nestec AG
Vers-chez-les-Blanc
CH-1000 Lausanne 26

Dr. E. Walter
Kant. Laboratorium
Muesmattstrasse 19
CH-3000 Bern 9

P. Venetz
Qualitätssicherungsabteilung
Nestec AG
CH-1800 Vevey