

# Zur titrimetrischen Bestimmung des überschüssigen Natriumbikarbonats in Backpulvern

Autor(en): **Hadorn, H. / Biefer, K.W.**

Objektyp: **Article**

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

Band (Jahr): **40 (1949)**

Heft 5-6

PDF erstellt am: **08.08.2024**

Persistenter Link: <https://doi.org/10.5169/seals-983812>

## **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.

# Zur titrimetrischen Bestimmung des überschüssigen Natriumbikarbonats in Backpulvern

Von *H. Hadorn* und *K. W. Biefer*  
(Laboratorium V.S.K., Basel)

Die Methode zur Bestimmung des überschüssigen Bikarbonats in Backpulvern, wie sie im Schweiz. Lebensmittelbuch IV. Auflage angegeben ist, führt zu unrichtigen Resultaten. Herr Dr. *J. Pritzker*, der sich eingehend mit der Zusammensetzung und Untersuchung<sup>1)</sup> von Backpulvern befasst hat, machte auch gleich nach dem Erscheinen dieser Vorschrift auf ihre Unzuverlässigkeit aufmerksam. Um ungerechte Beanstandungen zu vermeiden, hat er empfohlen, nach der von ihm ausgearbeiteten und im Anhang zum Schweiz. Lebensmittelbuch III. Auflage vorgeschriebenen Methode zu arbeiten.

Anlässlich einer Sitzung der Lebensmittelbuch-Kommission<sup>2)</sup> gab Herr Dr. *Pritzker* diesen Sachverhalt zu Protokoll und beantragte, in die neue Auflage des L.B. wiederum die alte Methode der III. Auflage aufzunehmen.

Wir haben die beiden Methoden an 8 selbst hergestellten, ziemlich verschiedenen Backpulvermischungen überprüft. Dabei sind wir zur Überzeugung gelangt, dass beide Methoden mangelhaft sind und leicht zu ganz unrichtigen Werten führen können. Eine eigene, etwas modifizierte Methode lieferte dagegen in allen Fällen zuverlässige Resultate.

## 1. Lebensmittelbuch-Methode IV. Auflage

Die Vorschrift lautet:

«2 g Backpulver werden mit 100 cm<sup>3</sup> kaltem Wasser aufgerührt. Man dekantiert und wäscht den Rückstand mit kaltem Wasser. Sollten sich die Füllmittel nicht abtrennen, so werden sie abzentrifugiert. Die Lösung wird heiss mit 0,5 n-Säure und Phenolphthalein titriert.»



Im allgemeinen spielen sich dabei folgende Vorgänge ab:

- a) Beim Anrühren des Backpulvers mit kaltem Wasser sollen sich die Salze lösen, worauf sich Weinstein und Bikarbonat nach folgender Gleichung umsetzen:



Beim Filtrieren bleiben theoretisch nur die Füllstoffe (Stärke oder Backmehl) auf dem Filter, während die weinsauren Salze und das überschüssige Bikarbonat quantitativ ins Filtrat gelangen sollten.

b) Beim Erhitzen dieses Filtrates wird das überschüssige Bikarbonat in Karbonat und Kohlensäure gespalten, nach der Gleichung:



Das gebildete  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  wird mit Säure unter Verwendung von Phenolphthalein titriert.

In Wirklichkeit verlaufen aber die oben angeführten Reaktionen nur langsam und unvollständig. Der Weinstein reagiert infolge seiner geringen Löslichkeit in der Kälte nur langsam mit dem Bikarbonat. Wir konnten bei allen Versuchen im Filtrerrückstand ungelöste Weinstein kristalle in wechselnden Mengen nachweisen. Es kommt also bei dieser fehlerhaften Methode des L.B. IV. nie die ganze Weinsteinmenge zur Reaktion, sondern nur jener Teil, der in Lösung gegangen ist. Man müsste also einen zu grossen Wert für das überschüssige Bikarbonat erwarten. Dies ist jedoch bei kurzem, 5 Minuten langem Aufkochen der Lösung und anschliessendem Filtrieren nicht der Fall. Man findet auf diese Weise in der Regel niedrigere Werte, als dem berechneten Bikarbonatüberschuss entsprechen würde (Tabelle 1, Spalte 7).

*Tabelle 1*  
*Untersuchung verschiedener Weinstein-Backpulver*

Backpulver Nr.	Zusammensetzung			NaHCO <sub>3</sub> -Überschuss berechnet	Neue Methode	Methode L.B. IV		Methode L.B. III	
	NaHCO <sub>3</sub>	Weinstein	Stärke			Vorschriftsgemäss titriert bis zum ersten Umschlag	Titriert bis zum Äquivalenzpunkt	Erster Umschlag	Titriert bis zum Äquivalenzpunkt
1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
	%	%	%	%	%	%	%	%	%
1	30,9	69,1	—	0	0,09	schwach sauer	6,30	schwach sauer	0,15
2	33,0	67,0	—	3,09	3,10	2,94	9,90	1,47	3,20
3	38,0	62,0	—	10,32	10,35	6,51	15,90	1,90	10,50
4	24,72	55,28	20,0	0	0,04	schwach sauer	5,04	schwach sauer	0,20
5	26,40	53,60	20,0	2,47	2,44	2,52	7,77	—	—
6	30,40	49,60	20,0	8,26	8,25	4,83	13,23	1,53	8,35
7*)	25,00	37,50	37,50	8,28	8,20	—	—	1,67	8,40
8*)	22,00	40,00	38,00	4,16	4,10	—	—	0,83	4,28

\*) Backpulver Nr. 7 und 8 sind in grösseren Mengen fabrikmässig in einer Mischtrommel hergestellt worden.

Die Zersetzung des  $\text{NaHCO}_3$  in  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ,  $\text{H}_2\text{O}$  und  $\text{CO}_2$  verläuft, selbst in der Siedehitze, nur sehr langsam. Die Umsetzung ist so lange nicht quantitativ, als noch Kohlensäure in der Lösung ist. Wird die austitrierte, schwach sauer reagierende Lösung weiter gekocht, so rötet sie sich nach einiger Zeit wieder. Der wirkliche Endpunkt der Titration (Äquivalenzpunkt) ist erst dann erreicht, wenn sich die Lösung bei weiterem Kochen nicht mehr rötet. Diese Art der Titration ist an sich genau, aber sehr zeitraubend, wie nachstehender Versuch zeigt:

2,00 g einer Mischung, bestehend aus 38,0 %  $\text{NaHCO}_3$  und 62,0 % Weinstein wurden in 100  $\text{cm}^3$  Wasser gelöst, während 5 Minuten zum Sieden erhitzt und mit 0,5n-HCl titriert. Die entfärbte Lösung wurde nach Ersatz des verdampften Wassers weiter erhitzt und jeweils nach 5 bis 10 Minuten langem Kochen mit 0,5n-HCl auf farblos titriert. Der Verbrauch an Säure betrug nach

	$\text{cm}^3$ 0,5 n-HCl	% $\text{NaHCO}_3$
5 Minuten kochen	0,5	entspr. 1,05
10 » »	1,0	» 2,1
15 » »	1,4	» 2,9
20 » »	1,9	» 4,0
30 » »	2,6	» 5,5
40 » »	3,0	» 6,3
50 » »	3,4	» 7,1
60 » »	3,8	» 8,0
80 » »	4,2	» 8,8
90 » »	4,5	» 9,5
100 » »	4,6	» 9,7
110 » »	4,8	» 10,1
125 » »	4,85	» 10,2
130 » »	4,90	» 10,3

*theoretischer Wert = 10,32 %  $\text{NaHCO}_3$*

Bis zur Erreichung des Endpunktes der Titration dauerte es mehr als 2 Stunden. Das Resultat stimmt aber gut mit dem berechneten Wert überein.

Wie aus der Tabelle 1 ersichtlich ist, liefert die Methode des L.B. IV durchwegs viel zu hohe Werte, wenn bis zum Äquivalenzpunkt titriert wird. Wir haben bereits erwähnt, dass dieser Fehler auf die unvollständige Auflösung des Weinsteins zurückzuführen ist.

## 2. Lebensmittelbuch-Methode, Anhang zur III. Auflage (1922) S. 37

Diese Vorschrift lautet:

« 2 g Backpulver werden in 100  $\text{cm}^3$  Wasser aufgekocht, heiss filtriert, ausgewaschen, und das Filtrat heiss mit 0,5n-Säure und Phenolphthalein titriert.



Bei stark mehlhaltigen Backpulvern geht das Filtrieren zu langsam; man verfährt in solchen Fällen am besten so, dass man das Ganze in dickwandigen Reagenzgläsern zentrifugiert und die klare Lösung wie oben titriert.»

Diese Methode hat ebenfalls den Nachteil, dass bei unvollständigem Auskochen der Kohlensäure ein zu geringer Bikarbonatüberschuss gefunden wird. Es muss auch hier längere Zeit gekocht und immer wieder titriert werden, um schliesslich den Endpunkt zu erreichen. Nach einmaligem, 5 Minuten langem Kochen wird bei der Titration nur ein Bruchteil des vorhandenen Bikarbonatüberschusses erfasst, wie aus den Werten der Tabelle 1, Spalte 9, hervorgeht. Bei der Titration bis zum Äquivalenzpunkt liefert diese Methode gute Werte (Spalte 10). Sie erfordert allerdings sehr viel Zeit, ca. 1 Stunde, und es besteht die Gefahr, dass noch übertitriert wird.

### 3. Eigene Methode

Um die Kohlensäure in kürzerer Zeit quantitativ auszutreiben, sind wir dazu übergegangen, das Backpulver von Anfang an, gleich nachdem es in Wasser suspendiert war, mit einem gemessenen Überschuss an 0,5n-Säure zu versetzen. Hierauf wird gekocht, wobei die Kohlensäure schon nach wenigen Minuten quantitativ entfernt ist. Mit 0,5n-Lauge wird dann der Säureüberschuss zurücktitriert (Phenolphthalein). Die Differenz (Säureverbrauch) entspricht dem überschüssigen Bikarbonat. Wie aus den Zahlen der Tabelle 1, Spalte 6, hervorgeht, stimmen die gefundenen Werte durchwegs mit den theoretisch berechneten überein, womit bewiesen ist, dass die Methode zuverlässige Resultate ergibt.

Wir haben diese Methode auch an verschiedenen phosphathaltigen Backpulvern ausprobiert und finden auch hier annehmbare Resultate. Sie sind jedoch nicht so genau wie bei weinsteinhaltigen Backpulvern, da der Umschlag, speziell bei Gegenwart primärer Orthophosphate nicht sehr scharf ist. Bei pyrophosphathaltigen Backpulvern verwendeten wir Thymolphthalein als Indikator (siehe Tabellen 2 und 3).

Tabelle 2  
Backpulvermischungen mit primärem Phosphat

Mischung Nr.	Natriumbikarbonat	Primäres Kaliumphosphat	Maisstärke	Bikarbonatüberschuss berechnet	Bikarbonatüberschuss gefunden
	%	%	%	%	%
1	38,0	62,0	—	— 0,25	0,54
2	42,0	58,0	—	6,19	6,43 ; 6,25
3	44,0	56,0	—	9,43	10,0
4	32,3	44,6	23,1	4,77	5,50

Tabelle 3  
Backpulvermischungen mit Pyrophosphat

Mischung Nr.	Natriumbikarbonat	Natriumpyrophosphat 98%ig	Maisstärke	Bikarbonatüberschuss berechnet	Bikarbonatüberschuss gefunden
	%	%	%	%	%
5	43,0	57,0	—	0,82	0,42
6	46,0	54,0	—	5,94	5,48
7	35,4	41,5	23,1	4,62	4,10

### Methodik

#### a) Bei Abwesenheit von Phosphaten

2—4 g Backpulver werden in einem mit Uhrglas bedeckten Becherglas von 400 cm<sup>3</sup> mit ca. 200 cm<sup>3</sup> Wasser \*) aufgeschlämmt und mit 20 cm<sup>3</sup> 0,5n-HCl versetzt. Hierauf wird unter kräftigem Rühren mit einem Glasstab während mindestens 5 Minuten gekocht. Wenn alle Kohlensäure ausgetrieben ist, was man daran erkennt, dass beim Reiben mit dem Glasstab keine feinen Gasbläschen mehr aufsteigen, wird die heisse Lösung mit 0,5n-NaOH unter Verwendung von Phenolphthalein auf schwach rosa titriert. Der Verbrauch an Säure entspricht dem Überschuss an Natriumbikarbonat.

$$1 \text{ cm}^3 \text{ 0,5 n-HCl} = 0,042 \text{ g NaHCO}_3$$

#### b) Bei Anwesenheit von Orthophosphaten \*)

Backpulver, welche primäres Orthophosphat enthalten, werden nach obiger Methode behandelt. Die Lösung wird jedoch abgekühlt und der Säureüberschuss *in der Kälte* mit 0,5n-NaOH unter Verwendung von Phenolphthalein auf *deutlich* rosa titriert.

#### c) Bei Anwesenheit von Pyrophosphaten \*\*)

Pyrophosphatbackpulver werden ebenfalls in der Kälte, jedoch unter Verwendung von Thymolphthalein als Indikator, auf erste Blaufärbung titriert.

\*) Bei stärkefreien Backpulvern genügen 50 cm<sup>3</sup> Wasser.

\*\*) Zur Prüfung auf Phosphate löst man eine Probe des Backpulvers in lauwarmem Wasser, filtriert, kocht die Kohlensäure weg und versetzt mit einigen Tropfen Silbernitratlösung.

Ein gelber Niederschlag zeigt Orthophosphat (PO<sub>4</sub><sup>'''</sup>) an.

Ein weisser Niederschlag zeigt Pyrophosphat (P<sub>2</sub>O<sub>7</sub><sup>'''</sup>) an.

### *Zusammenfassung*

1. Es werden zwei Methoden zur titrimetrischen Bestimmung des überschüssigen Natriumbikarbonats in Weinstein-Backpulver überprüft und ihre Fehlermöglichkeiten diskutiert.
2. Eine neue, etwas modifizierte Methode wird vorgeschlagen, bei welcher das in Wasser aufgeschlämmte Backpulver mit einem gemessenen Überschuss an Säure versetzt, aufgeköcht und der Säureüberschuss zurücktitriert wird. Nach dieser Methode lässt sich die Kohlensäure in kurzer Zeit quantitativ austreiben, wodurch die Methode wesentlich abgekürzt wird und zuverlässige Resultate ergibt.
3. Die Methode liefert auch bei phosphathaltigen Backpulvern brauchbare Resultate, ist jedoch infolge des weniger scharfen Umschlages nicht so genau.

### *Résumé*

1. Deux méthodes titrimétriques de dosage de l'excès de bicarbonate de sodium dans les poudres à lever à base de tartre ont été vérifiées et leurs causes d'erreurs sont discutées.
2. Une méthode nouvelle, un peu modifiée, est proposée. Elle consiste à mélanger une suspension de la poudre à lever, dans l'eau, avec un excès mesuré d'acide, à faire bouillir le mélange, puis à titrer à recul l'excès d'acide. D'après cette méthode l'acide carbonique est chassé quantitativement en peu de temps, ce qui raccourcit sensiblement la durée des opérations et permet d'obtenir des résultats certains.
3. La méthode donne également des résultats utilisables dans le cas des poudres à lever qui contiennent des phosphates; toutefois son exactitude n'est pas aussi grande par suite du virage moins net.

### *Literatur*

- 1) *J. Pritzker*, Schweiz. Apotheker-Zeitung Bd. **57**, Nr. 26, 363 (1919); Bd. **57**, Nr. 27, 380 (1919); Bd. **58**, Nr. 14, 177 (1920); Bd. **58**, Nr. 15, 190 (1920).
- 2) Protokoll der Subkommissionssitzung vom 7. Februar 1947.