

# Zur Untersuchung von Traubenzucker-Tabletten

Autor(en): **Hadorn, H. / Jungkunz, R.**

Objektyp: **Article**

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

Band (Jahr): **44 (1953)**

Heft 4

PDF erstellt am: **13.09.2024**

Persistenter Link: <https://doi.org/10.5169/seals-982859>

## **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 Untersuchung von Traubenzucker-Tabletten

H. Hadorn und R. Jungkuz

(Laboratorium VSK, Basel)

## I. Einleitung

In den letzten Jahren haben Traubenzucker-Tabletten, hauptsächlich in Sportskreisen, eine zunehmende Verbreitung gefunden. Es handelt sich hier um einen der zahlreichen sogenannten Kraftspender auf dem Lebensmittelmarkt.

Die im Handel befindlichen Tabletten bestehen zur Hauptsache aus reiner, trockener Glucose, welche meistens noch aromatisiert und gefärbt wird. Die gebräuchlichsten Aromen sind Pfefferminz-, Orangen- und Zitronenaroma. Diese Tabletten enthalten gewöhnlich zur Ausgleicheung des Geschmacks noch etwas Säure (Zitronensäure). Damit sich schöne kompakte Tabletten ergeben, werden als Gleit- und Bindemittel beim Tablettierungsprozess alle möglichen Hilfsstoffe verwendet. In handelsüblicher Ware haben wir bei unseren laufenden Untersuchungen Talkpuder, Paraffin, Vaseline, Stearinsäure, gehärtete Fette sowie Wachsalkohole festgestellt.

Die Lebensmittelverordnung stellt in Art. 232 gewisse Anforderungen an die diversen Zuckersorten. So muss nach Abs. 2 der Glucosegehalt von untablettiertem Traubenzucker mit Kristallwasser mindestens 92 % betragen. Abs. 5, welcher sich auf Traubenzucker-Tabletten bezieht, lautet:

«Bei der Tablettierung ist ein Zusatz unschädlicher Hilfsstoffe, wie Kakao-butter, Stearin, Gelatine, Stärke, Paraffin, Talkum, bis zu einer Gesamtmenge von 5 % gestattet. Der Anteil an unverdaulichen Bestandteilen, wie Paraffin und Talkum darf 2 % nicht übersteigen.»

Über den Traubenzuckergehalt der Tabletten werden keine Vorschriften gemacht.

Wir haben bei unseren Untersuchungen zahlreiche Präparate angetroffen, meistens von kleineren Firmen angeboten, welche diesen Vorschriften nicht genügten. Oft war der Glucosegehalt auffallend niedrig (88 bis 89 %), während einwandfreie Ware in der Regel 97 bis 98 % Glucose enthielt. Eine Serie derartiger Tabletten war mit viel zu grossen Mengen Hilfsstoffen versetzt. Die wasserunlöslichen Bestandteile machten 6,7 % aus, wovon  $\frac{3}{4}$  aus Talkpuder und  $\frac{1}{4}$  aus Stearinsäure bestanden. Ein anderes Offertmuster enthielt sogar 7,9 % Talkpuder, was einer erheblichen Streckung des Traubenzuckers gleichkommt. Bei einem weiteren Fabrikat wiederum waren die als Gleit- und Bindemittel verwendeten Fettstoffe ranzig geworden, so dass die betr. Tabletten ungeniessbar waren.

Die Untersuchung von Traubenzucker-Tabletten bietet im allgemeinen keine Schwierigkeiten. In einzelnen Fällen aber, etwa dann, wenn die bei der Tablettierung zugesetzten Fettstoff-Gemische näher charakterisiert werden sollen, lie-

gen die Verhältnisse komplizierter. Da in der 4. Auflage des Lebensmittelbuches tablettierte Zuckerarten nicht erwähnt sind, möchten wir an dieser Stelle den von uns ausgearbeiteten Analysengang, welcher sich gut bewährt hat, bekanntgeben. Einzelne Methoden könnten evtl. später in die neue Auflage des Lebensmittelbuches übernommen werden.

## II. Analysen-Methoden

### 1. *Titrierbare Säure*

10 g pulverisierte Substanz werden in zirka 50 cm<sup>3</sup> Wasser gelöst und die freie Säure mit 0,1n-NaOH gegen Phenolphthalein als Indikator titriert.

### 2. *Nachweis der Zitronensäure nach Lebensmittelbuch <sup>1)</sup>*

### 3. *Glucose* (polarimetrisch)

10 g der fein pulverisierten Tabletten werden in einem Becherglas mit 60 bis 70 cm<sup>3</sup> warmem Wasser gelöst und evtl. vorhandene Säure mit 0,1n-NaOH neutralisiert. (Es kann die bei der Bestimmung der freien Säure erhaltene aus-titrierte Lösung benutzt werden.) Man erhitzt zum Sieden, kocht während etwa 3 Minuten, um die infolge der Mutarotation entstehenden Fehler auszuschalten und kühlt wieder ab. Diese Zuckerlösung spült man in einen 100 cm<sup>3</sup> Messkolben und klärt mit je cm<sup>3</sup> Carrez-Lösung I und II. Bei Normaltemperatur wird zur Marke aufgefüllt und durch ein trockenes Faltenfilter filtriert. Das vollständig klare Filtrat wird im 200 mm Rohr bei annähernd 20<sup>0</sup> polarimetriert.

#### *Berechnung:*

Die spez. Drehung der reinen Glucose beträgt

$$\begin{aligned}(\alpha)_{20}^D &= + 52,74^0 \\ \% \text{ Glucose} &= \alpha \cdot 9,48 \\ \alpha &= \text{abgelesener Drehungswinkel.}\end{aligned}$$

### 4. *Anorganische Gleit-Bindemittel und Stärke*

10 bis 20 g fein pulverisiertes Material werden in ein Faltenfilter gebracht und zur Beseitigung der organischen, fettartigen Stoffe in einem Extraktionsapparat mit Chloroform erschöpfend extrahiert (3 bis 4 Stunden). Der Chloroform-Extrakt dient für die weitere Untersuchung der Fettstoffe. (Ziffer 6.) Das extrahierte Material wird nach dem Verdunsten des anhaftenden Chloroforms aus dem Faltenfilter in ein Becherglas übergeführt und in 40 bis 50<sup>0</sup> warmem Wasser gelöst. Entsteht eine klare Lösung, so fehlen Talkpuder, Stärke und andere unlösliche Bestandteile. Andernfalls filtriert man durch einen gewogenen Goochiegel, wäscht gut mit Wasser aus, trocknet und wägt das Unlösliche. Den Rückstand prüft man mit Jod auf Stärke und bestimmt eventuell den Glühverlust.

### 5. Asche

Zur Kontrolle verascht man 5 g Substanz in einer Platinschale. Evtl. vorhandene Asche besteht aus dem unlöslichen mineralischen Bindemittel (Talkpuder) und evtl. wasserlöslichen anorganischen Verunreinigungen. Das Talkpuder erkennt man unter dem Mikroskop im Wasserpräparat.

### 6. Bestimmung der Fettstoffe

Die bei der Extraktion des pulverisierten Materials (nach Ziffer 4) erhaltene Chloroform-Lösung wird mit etwas wasserfreiem Natriumsulfat getrocknet, die klare überstehende Lösung in ein gewogenes Kölbchen abgegossen, evtl. vorerst durch ein Asbestfilter (Allihn-Röhrchen) filtriert und das Lösungsmittel abdestilliert. Der Abdampf-Rückstand wird getrocknet und gewogen. Dieser Chloroform-Auszug enthält alle bei der Tablettierung verwendeten Fettstoffe.

### 7. Trennung der einzelnen Fettstoffe

Im Chloroform-Auszug können enthalten sein: Fettsäuren (Stearin), Glyceride (Kakaobutter), Wachse, Wachsalkohole, Paraffin und Vaseline.

Die Trennung von Fettstoffgemischen, welche wachsartige Körper enthalten, in Fettsäuren und Unverseifbares, verursacht oft Schwierigkeiten, weil beim Ausschütteln der alkalischen Lösung mit Äther oder Chloroform sehr lästige Emulsionen entstehen. Gut bewährt hat sich ein Trennungsverfahren, welches von *Jungkunz* <sup>2)</sup> für Wollwachs ausgearbeitet worden ist. Dieses ist für kleinere Substanzmengen entsprechend modifiziert worden.

Über den von uns verwendeten Trennungsgang gibt nebenstehendes Schema Aufschluss.



# Schema zur Trennung der verschiedenen Fettstoffe

## Chloroform-Auszug

(Fettsäuren, Glyceride, Wachse, Wachsalkohole, Kohlenwasserstoffe)



Lösen in Benzol, titrieren der freien Fettsäuren  
Ausschütteln der Benzollösung mit alkoholischer KOH und H<sub>2</sub>O,  
trennen in

alkohol. wässrige Seifenlösg.

Benzolschicht



ansäuern mit HCl  
ausschütteln mit Petroläther



**neutrale Fettstoffe**  
(Glyceride, Wachse, Wachsalkohole,  
Kohlenwasserstoffe)

**freie Fettsäuren**  
(Stearin)

verseifen mit alkohol. KOH  
trennen in

alkohol. wässrige Schicht

Benzolschicht

ansäuern mit HCl  
ausschütteln mit Petroläther

**Unverseifbares**  
(Wachsalkohole,  
Kohlenwasserstoffe)

**Fettsäuren aus Glyceriden**  
**und Wachsen**

Chromatographie

in Benzol

in Alkohol-  
Äther

**Kohlen-  
wasserstoffe**  
(Vaselin,  
Paraffin)

**Wachs-  
alkohole**  
(Cetyl-  
alkohol)

### a) Abtrennung der freien Fettsäuren

0,4 bis 0,6 g des Fettstoff-Gemisches (Chloroform-Auszug) werden in 10 cm<sup>3</sup> reinem Benzol unter Erwärmen am Rückflusskühler gelöst. Dann versetzt man mit 5 cm<sup>3</sup> absol. Alkohol, erhitzt nochmals zum Sieden und titriert die freien

Fettsäuren mit 0,5 n-alkoholischer KOH, unter Zusatz von 1 Tropfen Phenolphthalein, bis zur bleibenden Rotfärbung. Die noch heisse Lösung führt man in einen kleinen Scheidetrichter über und spült mit je 1 bis 2 cm<sup>3</sup> Alkohol und Benzol nach. Hierauf setzt man 12 bis 15 cm<sup>3</sup> Wasser zu. (Die Alkohol-Konzentration im Scheidetrichter soll zirka 33 Vol.% betragen.) Man schüttelt kräftig und stellt hierauf den Scheidetrichter (ohne Stopfen) in ein Becherglas mit warmem Wasser und erhitzt, bis die Flüssigkeit im Scheidetrichter zu sieden beginnt. Nach kurzer Zeit trennen sich die Phasen. Die obere klare Benzol-Schicht enthält alle neutralen Fettstoffe. Die untere, meistens trübe, alkoholisch-wässrige Schicht, welche die Seifenlösung enthält, wird vorsichtig abgelassen, mit HCl angesäuert und die ausgeschiedenen Fettsäuren, wie üblich, mit Petroläther ausgeschüttelt.

Die freien Fettsäuren, meistens handelt es sich um Stearinsäure, werden charakterisiert durch Refraktionszahl, Schmelzpunkt und Neutralisationszahl.

#### *b) Bestimmung der gebundenen Fettsäuren und des Unverseifbaren*

Die von den freien Fettsäuren befreite Lösung (Benzol-Schicht) wird in ein Verseifungskölbchen übergeführt und das Lösungsmittel abdestilliert. Der Abdampfrückstand kann enthalten: Glyceride, Wachse, Wachsalkohole, Paraffin, Vaseline. Zur Verseifung gibt man 5 cm<sup>3</sup> absol. Alkohol, 0,3 g KOH (3 bis 4 Plätzchen) und 10 cm<sup>3</sup> Benzol zu. Hierauf wird während 2 Stunden am Rückflusskühler verseift. Die Lösung führt man quantitativ in einen kleinen Scheidetrichter über, fügt 12 bis 15 cm<sup>3</sup> Wasser zu und verfährt genau wie unter a) beschrieben. Die alkoholisch-wässrige Schicht enthält die ursprünglich in den Glyceriden und Wachsen gebundenen Fettsäuren als Kaliseifen. Die Fettsäuren werden mit HCl abgeschieden und wie üblich isoliert und charakterisiert. Die Benzolschicht enthält alles Unverseifbare, wie Wachsalkohole und Kohlenwasserstoffe (Paraffin, Vaseline und evtl. Spuren von Sterinen). Das Benzol wird abdestilliert, der Rückstand getrocknet und gewogen (= Unverseifbares).

#### *c) Trennung der Wachsalkohole und Kohlenwasserstoffe (Unverseifbares)*

Diese Trennung erfolgt chromatographisch nach einer früher <sup>3)</sup> beschriebenen Methode.

Man löst das Unverseifbare in 10 cm<sup>3</sup> Benzol und filtriert durch eine Säule von 10 g aktiviertem <sup>4)</sup> Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, welche sich in einem Rohr von zirka 13 mm lichter Weite befindet. Die Säule wird mit 50 cm<sup>3</sup> Benzol nachgewaschen und das Filtrat in einem gewogenen Kölbchen aufgefangen. Es enthält die Kohlenwasserstoffe, welche man nach dem Abdestillieren des Lösungsmittels trocknet und wägt.

In der Säule adsorbiert bleiben die Wachsalkohole. Man eluiert sie mit 60 bis 70 cm<sup>3</sup> einer Mischung aus gleichen Teilen absolutem Alkohol und Äther.

### III. Modellversuche

Die beschriebene Methode zur Trennung der Fettstoffe ist auch bei geringen Substanzmengen annähernd quantitativ, wie die nachstehenden Modellversuche zeigen.

Mischung I bestehend aus:	Palmitinsäure	= 125,9 mg	
Neutrale Stoffe	$\left\{ \begin{array}{l} \text{Kakaobutter} \\ \text{Festes Paraffin} \\ \text{Karnaubawachs} \end{array} \right.$	= 111,6 mg	} = 263,4 mg
		= 87,6 mg	
		= 64,2 mg	

Dieses Fettstoff-Gemisch wurde getrennt in «freie Fettsäure» und «neutrale Fettstoffe». Dabei erhielten wir nachstehende, fast theoretischen Werte:

	Gefunden	In der Mischung vorhanden
Palmitinsäure	126,0 mg	125,9 mg
Neutrale Stoffe	263,6 mg	263,4 mg

Eine weitere Mischung II, bestehend aus vier verschiedenen Stoffen, wurde in die einzelnen Bestandteile zerlegt. Die Zusammensetzung des Gemisches sowie die gefundenen Resultate sind in folgender Tabelle aufgeführt.

*Tabelle*

	In der Mischung enthalten mg	Gefunden mg	Differenz mg	Fehler in %
Stearinsäure	201,1	196,3	-- 4,8	-- 2,4
Kakaofett	109,2			
Fettsäuren aus Kakaofett (95 %)	103,7	102,2	-- 1,5	-- 1,4
Unverseifbares (Paraffin + Cetylalk.)	184,3	182,2	-- 2,1	-- 1,1
Festes Paraffin	94,0	95,5	+ 1,5	+ 1,5
Cetylalkohol	90,3	73,2	-- 17,1	-- 18,9

Es wurden fast durchwegs auf wenige Prozente genau die theoretischen Werte erhalten. Lediglich beim Cetylalkohol, welcher als letzte Komponente isoliert wurde, sind merkliche Verluste entstanden. Die isolierten Verbindungen sind rein, was durch nachstehende Kennzahlen bewiesen wird.

#### *Stearinsäure*

Neutralisationszahl	gefunden = 196,0
	theoretisch = 197,1

#### *Fettsäuren aus der Kakaobutter*

Neutralisationszahl	gefunden = 197,1
	nach Literaturangaben <sup>5)</sup> = 194—204

### *Paraffin*

Erstarrungspunkt des reinen Ausgangsmaterials	=	55,5°
im chromatographisch isolierten Paraffin gefunden	=	55,5°

### *Cetylalkohol*

Refraktionszahl bei 50° des reinen Ausgangsmaterials	=	22,6
im chromatographisch isolierten Anteil gefunden	=	24,4

### *Zusammenfassung*

1. Es wird ein Analysengang für die Untersuchung von Traubenzucker-Tabletten beschrieben. Er erstreckt sich auf die Bestimmung des Glucosegehaltes, der zugesetzten organischen Säuren und der bei der Tablettierung verwendeten Gleit- und Bindemittel, wie Talkpuder oder fettartiger Stoffe.
2. Für die Trennung der in Frage kommenden Fettstoffe, wie Fettsäuren, Glyceride, Wachse, Wachsalkohole, Paraffin und Vaseline wird eine Vorschrift gegeben und die Brauchbarkeit des Trennungsganges durch Modellversuche belegt.

### *Résumé*

1. On décrit la marche à suivre pour l'analyse des tablettes de sucre de raisins; elle comprend la détermination de la teneur en glucose, celle des acides organiques ajoutés et celle des agents liants et lubrifiants, tels que la poudre de talc ou des corps de nature grasse, ajoutés lors de la fabrication des tablettes.
2. On indique un mode opératoire pour la séparation des corps gras qui entrent en question, à savoir des acides gras, des glycérides, des cires, des alcools supérieurs, de la paraffine et de la vaseline; des essais effectués avec des mélanges-types confirment que ce mode opératoire est utilisable.

### *Summary*

1. The analysis of glucose tablets is described. The following substances are determined: glucose, added organic acids, added substances for making tablets, such as talc powder, glycerides, waxes etc.
2. A procedure is described for the separation of the various fat substances used for making glucose tablets.

### *Literatur*

- 1) Schweiz. Lebensmittelbuch, 4. Aufl. S. 296 (1937).
- 2) R. Jungkunz: Seifensieder-Ztg. **57**, 15—125(1930); Referat: Z.U.L. **73**, 597 (1937).
- 3) H. Hadorn und R. Jungkunz: diese Mitt. **40**, 96 (1949).
- 4) H. Hadorn: diese Mitt. **37**, 360 (1946).
- 5) A. Grün-Halden: «Analyse der Fette und Wachse» II. Bd. S. 291 (1929), Verlag J. Springer, Berlin.