

Gaschromatographischer Nachweis von organischen Säureträgern in Backpulvern

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

Objektyp: **Article**

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

Band (Jahr): **66 (1975)**

Heft 3

PDF erstellt am: **14.09.2024**

Persistenter Link: <https://doi.org/10.5169/seals-982678>

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.

Kurze Mitteilungen — Communications brèves

Gaschromatographischer Nachweis von organischen Säureträgern in Backpulvern

K. Zürcher und H. Hadorn

Zentrallaboratorium der Coop Schweiz, Basel

Einleitung

Backpulver sind Gemische aus Natriumhydrogencarbonat, einem oder mehreren Säureträgern in fester Form, die in trockener, kühler Umgebung nicht miteinander reagieren, und einem Trennmittel. Hierzu wird meistens Maisstärke verwendet, da sie feuchtigkeitsregulierend wirkt, indem sie bei hoher Luftfeuchtigkeit begrenzt Wasser aufnehmen kann, ohne daß dadurch die wirksamen Bestandteile des Backpulvers beeinträchtigt werden. Die zum Trieb benötigte Kohlensäure entsteht durch Reaktion des Säureträgers mit dem Natriumhydrogencarbonat. Als Säureträger werden sowohl anorganische als auch organische Verbindungen verwendet (1, 2). Unter den anorganischen Säureträgern ist das saure Natriumpyrophosphat das gebräuchlichste. In der Schweiz sind auch saure Orthophosphate zugelassen, in den USA ist Aluminiumalaun gebräuchlich.

Als organische Säureträger nennt die Lebensmittelverordnung in Artikel 153 Weinstein, Weinsäure und Zitronensäure. Nach *Strahlmann* (3) sind in der Schweiz auch noch Adipinsäure und Glucono-delta-lacton (Gluconsäurelacton) toleriert worden.

Gaschromatographischer Nachweis

Mit Hilfe der Gaschromatographie gelingt es rasch und relativ einfach, all diese organischen Säuren nachzuweisen. Sie werden zunächst in die Trimethylsilylester übergeführt und diese gaschromatographisch getrennt.

Um die am Schluß dieser Arbeit angegebene Methodik zu überprüfen, haben wir eine Anzahl verschiedener Backpulvermischungen hergestellt. Jede dieser Mischungen enthielt 5 g Natriumhydrogencarbonat, 6 g Maisstärke und eine dem Hydrogencarbonat annähernd stöchiometrische Menge des Säureträgers (siehe Tabelle 1).

Zur Analyse wurden 5 g jeder Mischung mit Wasser und Ameisensäure zersetzt und filtriert. Ein aliquoter Teil des Filtrates wurde unter den Bedingungen, die wir für verschiedene Säuren in unserer Zuckerarbeit (4) beschrieben haben, silyliert und die Silylester in den Gaschromatographen eingespritzt.

Tabelle 1. Zusammensetzung einiger Backpulvermischungen nach Ullmann (1)

Nr.	Säureträger	g	Natriumhydrogencarbonat g	Maisstärke g
1.	Weinstein	11,2	5	6
2.	Adipinsäure	4,35	5	6
4.	Zitronensäure	4,2	5	6
5.	Weinstein	7,45	5	6
	Weinsäure	1,5		
6.	Gluconsäure-delta-lacton	10,6	5	6
7.	Saures Natriumpyrophosphat	6,6	5	6

Jede Säure bildet im Gaschromatogramm mindestens einen charakteristischen Peak. Je einen Peak bilden Adipinsäure, Weinsäure (Abb. 1) und Zitronensäure. Gluconsäure-delta-lacton bildet einen Hauptpeak und einen Nebenpeak (siehe Abb. 2).

Der Hauptpeak entspricht dem Trimethylsilylester der Gluconsäure. Beim kleinen Nebenpeak handelt es sich vermutlich um ein Nebenprodukt. Unter den von uns für die Untersuchung von Backpulver beschriebenen Bedingungen wird das Gluconsäurelacton vollständig zu Gluconsäure hydrolysiert. Auch bei der direkten Silylierung des Gluconsäurelactons entstand nur ein Peak des Gluconsäuretrimethylsilylesters. Unter den Bedingungen der Silylierung in wasserfreiem Pyridin mit N-Methyl-N-trimethylsilyl-heptafluor-butyramid (MSHFBA) + Trimethylchlorsilan (TMS) wird demnach die Lactonbindung gespalten.

In Abbildung 3 ist das Gaschromatogramm eines Gemisches der 4 organischen Säuren sowie Ortho- und Pyrophosphat wiedergegeben. Sämtliche Peaks sind sauber voneinander getrennt.

Phosphate lassen sich ebenfalls in die Trimethylsilylester überführen und bilden im Gaschromatogramm charakteristische Peaks. Orthophosphorsäure gibt nur einen Peak, der im Gaschromatogramm vor dem Peak der Adipinsäure erscheint (Abb. 4). Hexametaphosphat, das als Säureträger in Backpulvern zwar nicht in Frage kommt, verhält sich im Gaschromatogramm gleich wie Orthophosphat. Durch die Behandlung mit Ameisensäure wird es anscheinend hydrolytisch zu Orthophosphorsäure gespalten.

Etwas komplizierter liegen die Verhältnisse bei der Pyrophosphorsäure. Sie bildet bei raschem Arbeiten 3 Peaks. Ein Peak erscheint zwischen der Weinsäure und Zitronensäure. Bei diesem Peak dürfte es sich um den Trimethylsilylester der Pyrophosphorsäure handeln. Ein Peak zeigt die gleiche Retentionszeit wie die Orthophosphorsäure. Unmittelbar davor erscheint noch ein dritter kleinerer Peak (siehe Abb. 6). Das Mengenverhältnis der Phosphorsäure-Peaks variiert je nach Versuchsbedingungen. Aus diesem Grund ist die Methode zur quantitativen Bestimmung der Phosphate nicht geeignet.

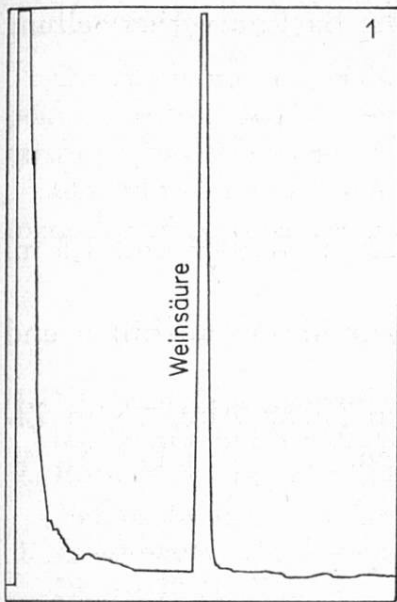


Abb. 1. GC eines Weinstein-Backpulvers.

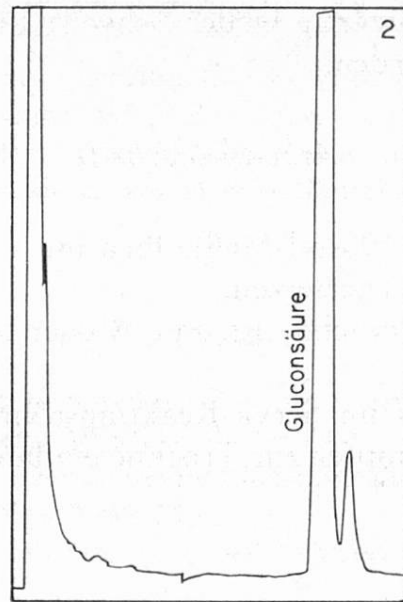


Abb. 2. GC eines Backpulvers mit Gluconsäure-delta-lacton.

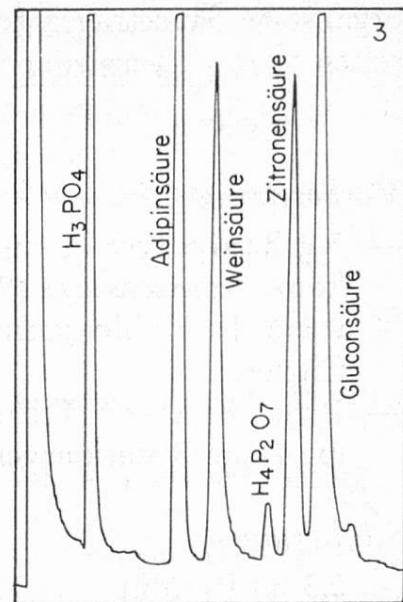


Abb. 3. GC eines Gemisches verschiedener organischer Säuren und Pyrophosphat.

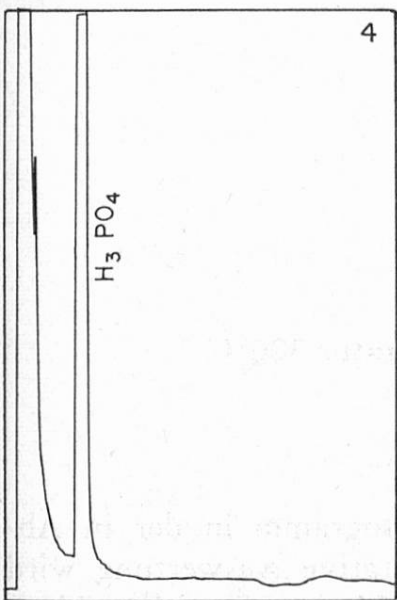


Abb. 4. GC von Orthophosphorsäure.

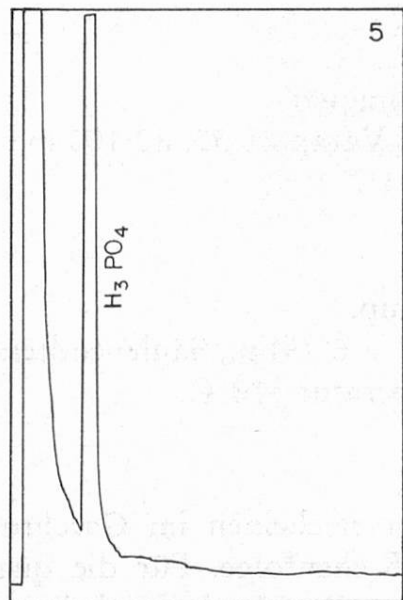


Abb. 5. GC von Metaphosphorsäure (der Peak ist identisch mit dem der Orthophosphorsäure).

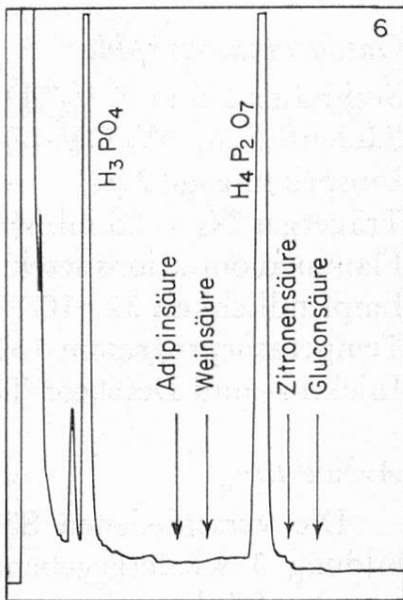


Abb. 6. GC eines Pyrophosphat-Backpulvers (die Stellen, an denen die organischen Säuren erscheinen würden, sind mit Pfeilen markiert).

Neben der Ortho- und Pyrophosphorsäure sind im Gaschromatogramm jedoch alle für Backpulver in Frage kommenden organischen Säureträger nachweisbar. Sie lassen sich quantitativ bestimmen. Abbildung 6 zeigt ein Gaschromatogramm der Pyrophosphorsäure. Die Stellen, an denen die organischen Säuren erscheinen würden, sind mit Pfeilen markiert.

Wir haben 10 verschiedene Backpulver des Handels analysiert. Als Säureträger wurde durchwegs nur Natriumpyrophosphat gefunden. Hieraus folgt, daß

organische Säureträger gegenwärtig in der Schweiz für die Backpulverherstellung selten oder nie verwendet werden.

Arbeitsvorschrift

Vorbereitung

- 5 g Backpulver in einem 100-ml-Meßkolben mit ca. 20 ml Wasser und 1,5 ml konz. Ameisensäure (98%) zersetzen.
- wenn die Kohlensäure entwichen ist, mit Wasser bis zur Marke auffüllen und filtrieren.
- 1 ml des klaren Filtrates im Serva-Reaktionsröhrchen (siehe Abb. 13 in Zitat 4) am Rotationsverdampfer zur Trockne eindampfen.

Silylierung

- 0,3 ml Pyridin
- 0,4 ml MSHFBA
- 3 Tropfen TMS zusetzen
- Reaktionsgefäß verschließen, 1 Std. auf 100°C im Trockenschrank erhitzen.

Gaschromatographie

Stahlsäule 2,5 m \times 1/8" Durchmesser

Säulenfüllung 5% OV-17 auf Varaport-30, 80/100 mesh

Einspritzmenge 2 μ l

Trärgas N₂ = 25 ml/Min.

Flammenionisationsdetektor

Empfindlichkeit $32 \cdot 10^{-10}$ Amp.

Temperaturprogramm 130°C + 6°/Min., Säulenendtemperatur 300°C

Injektor- und Detektor-Temperatur 310°C.

Auswertung

Die verschiedenen Säuren erscheinen im Gaschromatogramm in der in Abbildung 3 wiedergegebenen Reihenfolge. Für die quantitative Auswertung wird vor der Silylierung als innerer Standard eine bekannte Menge einer der obigen Säuren zugegeben, die im geprüften Backpulver jedoch nicht vorkommt. An einer Modellmischung bekannter Zusammensetzung, bestehend aus innerem Standard und der zu bestimmenden Säure, wird der Korrekturfaktor ermittelt.

Die Methode eignet sich nicht zur quantitativen Bestimmung der Pyrophosphate, weil bei der Aufarbeitung Pyrophosphorsäure mehr oder weniger hydrolytisch gespalten wird.

Zusammenfassung

Es wird eine Methode beschrieben zum Nachweis und zur Bestimmung der in Backpulver vorkommenden organischen Säureträgern wie Adipinsäure, Weinsäure, Zitronensäure und Gluconsäure-delta-lacton. Die Säuren werden in die entsprechenden Trimethylsilylester übergeführt und gaschromatographisch getrennt.

Résumé

On décrit une méthode pour l'identification et le dosage de divers acides organiques pouvant entrer dans la composition des poudres à lever, tels que l'acide adipique, l'acide tartrique, l'acide citrique et le lactone de l'acide gluconique.

On transforme les acides en dérivés triméthyl-silyliques qui sont séparés par chromatographie en phase gazeuse.

Literatur

1. Ullmanns Encyclopädie der technischen Chemie, 3. Aufl., 4. Band, S. 166—169. Verlag Urban und Schwarzenberg, München-Berlin 1953.
2. Rotsch, A.: In: Handbuch der Lebensmittelchemie, Band V/I, S. 336—339. Springer-Verlag, Berlin-Heidelberg-New York 1967.
3. Strahlmann, B.: Lebensmittelzusätze in der Schweiz. Mitt. Gebiete Lebensm. Hyg. **59**, 4—59 (1968).
4. Zürcher, K., Hadorn, H. und Strack, Ch.: Gaschromatographische Zuckerbestimmung. Herstellung und gaschromatographische Trennung der Zucker-oxim-silyl-derivate. Mitt. Gebiete Lebensm. Hyg. **66**, 92—116 (1975).

K. Zürcher
Dr. H. Hadorn
Zentrallaboratorium der Coop Schweiz
Thiersteinallee 14
CH-4002 Basel