

Zur Problematik der Lipoid-Extraktion in Teigwaren

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): **70 (1979)**

Heft 2

PDF erstellt am: **12.07.2024**

Persistenter Link: <https://doi.org/10.5169/seals-983723>

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

Zur Problematik der Lipoid-Extraktion in Teigwaren

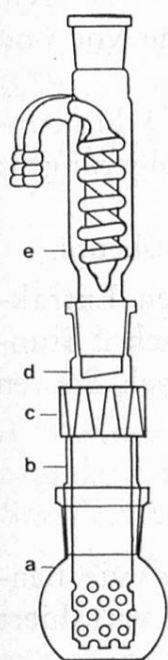
K. Zürcher und H. Hadorn

Zentrallaboratorium der Coop Schweiz, Basel

Die Lipoidbestimmung in Teigwaren nach Lebensmittelbuchmethode (1) erfolgt durch Extraktion des gemahlten Materials mit Alkohol-Benzol. Aus noch unabklärten Gründen führt die Methode in verschiedenen Laboratorien oft zu stark voneinander abweichenden Resultaten. Wir haben daher systematische Versuche mit der alten (1, 2) und einer neuen modifizierten Extraktionsapparatur sowie mit verschiedenen Lösungsmitteln durchgeführt.

Beschreibung und Funktion der neuen Apparatur

Die neue Vollglas-Apparatur ist in Abbildung 1 wiedergegeben. Sie besteht aus einem Schliffkölbchen (a), Zwischenstück (b), Extraktionsrohr (d) mit aufgesetztem Rückflußkühler.



- e Rückflußkühler
- d Extraktionsrohr oben mit NS 29/32 für Rückflußkühler, im untern Teil mit zahlreichen Löchern
- c Sovirel-Verschluß mit Dichtung
- b Zwischenstück unten mit passendem Normalschliff, oben mit Schraubgewinde
- a 100-ml-Stehkolben mit NS 45/40

Abb. 1. Vollglas-Extraktionsapparatur. Hersteller: A. Kleger, Glastechnische Werkstätte, CH-4132 Muttenz

Eine abgewogene Probe (10 g) des zerkleinerten Untersuchungsmaterials wird in eine Soxhlethülse SS 603, 25/100 mm eingefüllt und auf den Boden des Extraktionsrohres (d) geschoben. Die Apparatur wird zusammengestellt und mit 50 ml Lösungsmittel beschickt. Die Soxhlethülse mit der Probe soll möglichst weit ins Lösungsmittel im Kölbchen (a) eintauchen. Nun wird während ca. einer Stunde gekocht. Anschließend wird der Sovirel-Verschuß (c) etwas gelockert und das Extraktionsrohr (d) mit der Hülse aus dem Lösungsmittel herausgezogen. In dieser Stellung wird weiterextrahiert.

Versuche mit alter und neuer Apparatur und verschiedenen Lösungsmitteln

Benzol sollte wegen der Giftigkeit seiner Dämpfe für Extraktionen möglichst nicht mehr verwendet werden. Um das Benzol zu ersetzen, haben wir mit verschiedenen Lösungsmitteln in der alten und in der neuen Apparatur Extraktionsversuche durchgeführt.

10 g des fein gemahlten und durch ein Sieb von 0,2 mm lichter Maschenweite gesiebten Teigwarenpulvers wurden ins Lösungsmittel eingetaucht und zunächst während 1½ Stunden unten gekocht. Anschließend wurde das Kölbchen hochgezogen und noch während einer Stunde oben extrahiert. Das Kölbchen wurde ausgewechselt und das Lösungsmittel im 1. Kölbchen abdestilliert, der Rückstand gewogen und dann in Aether gelöst, filtriert und der gereinigte Rückstand erneut gewogen. Mit einem 2. Kölbchen wurde die Extraktion eine weitere Stunde fortgesetzt, dann das Kölbchen gewechselt und ein drittes Mal während 1 Stunde extrahiert. Das Lösungsmittel wurde abdestilliert, die Rückstände im 2. und 3. Kölbchen gewogen, dann mit Aether gereinigt und nochmals gewogen. Von jeder Analyse erhielten wir auf diese Weise 3 Fraktionen, welche vor und nach der Aetherreinigung gewogen wurden.

In der Tabelle 1 sind die Resultate zusammengestellt (Summe der 3 Fraktionen vor und nach Aetherreinigung). Sie führten zu nachstehenden Folgerungen: Alte und neue Apparatur geben praktisch gleiche Resultate.

Das Lösungsmittel hat einen wesentlichen Einfluß auf die Lipoidausbeute.

Benzol-Aethanol (bisherige Methode) liefert nach ca. 2—3 Stunden Extraktionszeit in beiden Apparaturen übereinstimmende und hohe Werte. Nach 2 Stunden ist die Extraktion beendet, in der 2. Fraktion fanden wir nur noch Spuren von Lipoiden.

Cyclohexan-Aethanol gibt minim niedrigere Werte (ca. 0,1%).

Isopropanol-Aethanol gibt minim zu niedrige Werte.

Isopropanol extrahiert rasch und gibt praktisch die gleichen Werte wie *Benzol-Aethanol*. In der 2. Fraktion waren nur noch 0,01—0,02% Lipoid extrahiert worden.

Cyclohexan, mit diesem Lösungsmittel lassen sich die Lipoid nicht quantitativ aus Teigwarenpulver extrahieren. Die Werte sind viel zu niedrig.

Tabelle 1

Lipoidbestimmungen an Frischeiernudeln mit verschiedenen Extraktionsmitteln
(Teigwaren gemahlen, gesiebt durch Sieb Maschenweite 220 μ)

	Alte Apparatur LB Abb. 20.1		Neue Vollglasapparatur (siehe Abb. 1)	
	Vor Aether- reinigung ‰	Nach Aether- reinigung ‰	Vor Aether- reinigung ‰	Nach Aether- reinigung ‰
Benzol-Alkohol 1 + 1	2,90	2,89	2,98	2,96
	2,97	2,94	3,09	2,97
Cyclohexan-Alkohol 1 + 1	2,84	2,79	2,84	2,84
	2,89	2,86	2,86	2,81
Isopropanol-Alkohol 1 + 1	3,18	2,88	3,31	2,86
	3,20	2,86	3,28	2,83
Isopropanol	3,03	2,91	3,11	2,92
	3,02	2,90	3,06	2,92
Cyclohexan	2,78	2,19	2,26	2,16
	2,59	2,20	2,23	2,18
Cyclohexan- Isopropanol 1 + 1	2,63	2,66	2,54	2,58
	2,62	2,66	2,62	2,64

Cyclohexan-Isopropanol

Auch dieses Lösungsmittelgemisch gibt zu niedrige Resultate (Fehler 0,2 bis 0,3‰).

Isopropanol erwies sich als geeignetes Extraktionsmittel.

Wiederholbarkeit

Wir haben 4 Parallelversuche in der neuen Apparatur wie folgt durchgeführt:

Einwaage 10 g, Extraktion mit Isopropanol $\frac{1}{2}$ Stunde unten gekocht, dann 2 Stunden oben extrahiert. Aus den 4 Resultaten wurden die Mittelwerte, die Standardabweichung und der Wiederholstreibereich berechnet. Das Resultat in Standardform nach Lebensmittelbuch (2) lautet:

$$2,88 \pm 0,055\% (\pm 0,017; 95\%; 4)$$

Dieser Versuch beweist die gute Reproduzierbarkeit an einer einheitlichen, gemahlenden und gesiebten Teigwarenprobe. Trotzdem können die Resultate falsch sein, wie im nächsten Abschnitt gezeigt wird.

Einfluß der Korngröße auf Extraktionsgeschwindigkeit und Ausbeute

Der Einfluß der Korngröße auf die Analysenresultate bei der Lipoidbestimmung wurde nie systematisch überprüft. Nach Lebensmittelbuch, 4. Auflage (3) werden für die Bestimmung des Aetherextraktes und der Lezitinphosphorsäure die Teigwaren gemahlen und durch ein Sieb mit 200—300 μ lichter Maschenweite gesiebt. Im Laufe der Jahre wurden bei allen weiteren Methoden immer Siebe ähnlicher Maschenweite vorgeschrieben, so z. B. im Lebensmittelbuch, 5. Auflage (3) das Sieb V mit Maschenweite 220 μ .

Um den Einfluß der Korngröße auf die Lipoidausbeute zu studieren, haben wir eine Eierteigware gemahlen, in verschiedene Siebfractionen aufgeteilt und jede Fraction zunächst $\frac{1}{2}$ Stunde unten im Kölbchen mit Isopropanol gekocht, dann 1 Stunde oben extrahiert. Dann wurde das Kölbchen gewechselt, weiter extrahiert und jeweils nach 1 Stunde Extraktionsdauer wiederum das Kölbchen gewechselt. Die mit Aether gereinigten Lipoidextrakte wurden einzeln gewogen (total 5 Fractionen). Die Resultate sind in der Tabelle 2 zusammengestellt. Mit den groben Siebfractionen (250—500 μ und größer) erfolgt die Extraktion langsam, man erhält viel zu niedrige Werte; ein konstanter Endwert ist innert nützlicher Frist nicht zu erreichen. In der feineren Siebfraction (ca. 100 μ) findet man die höchsten und nahezu quantitative Werte. In der staubfein gemahlene Probe (Kugelmühle) erhält man wiederum zu niedrige Resultate. Zur Kontrolle haben wir die während total $6\frac{1}{2}$ Stunden mit Isopropanol extrahierten Teigwarenproben mit 4 n Salzsäure gekocht und das Restfett nach dem Säureaufschluß bestimmt (siehe Tabelle 2).

In den groben Fractionen bleiben nach $6\frac{1}{2}$ stündigem Extrahieren mit Isopropanol noch beträchtliche Mengen Lipide im Teigwarenpulver zurück, welche erst durch einen Säureaufschluß freigelegt und dann extrahiert werden können. In der ca. 100 μ Siebfraction werden die Lipide durch direkte Extraktion mit Isopropanol in $1\frac{1}{2}$ Stunden nahezu quantitativ erfaßt. Durch einen anschließenden Salzsäureaufschluß wurden nur noch Spuren Restlipide erhalten. Zu unserer Ueberraschung fanden wir bei der Extraktion des in einer Kugelmühle staubfein gemahlene Teigwarenpulvers zu niedrige Werte. Anscheinend backt das Material zusammen. Ein Vermischen des Teigwarenpulvers mit 3—4 Teilen Sand vor der Extraktion brachte keinen Erfolg. Durch den Säureaufschluß wurden aus dem extrahierten staubfeinen Pulver noch ca. 0,3% Restfett freigelegt.

Auffallend ist der Umstand, daß die Summe aus direkt extrahierten Lipoiden und dem Restfett nach dem Säureaufschluß bei den verschiedenen Korngrößen nicht übereinstimmende Werte ergibt. Dies ist darauf zurückzuführen, daß die unvollständig extrahierten, im Teigwarenpulver verbliebenen Lipide anscheinend beträchtliche Mengen Phosphatide enthalten, die beim Säureaufschluß gespalten werden. Den niedrigsten Lipoidgehalt findet man beim direkten Salzsäureaufschluß der Teigware, weil hier der größte Teil der Phosphatide hydrolysiert wird und nur Triglyceride und die aus Phosphatiden abgespaltenen Fettsäuren sowie Mono- und Diglyceride erfaßt werden. Nach der Aufschlußmethode

Tabelle 2. Lipoidgehalt in Abhängigkeit von der Korngröße und der Extraktionszeit

Extraktion	Siebfraktionen (Korngröße)				Staubfein in Kugelmühle gemahlen		
	> 500 μ	250—500 μ	100—250 μ	< 100 μ	Teigwaren- pulver direkt extrahiert	Mit 3 Teilen Sand vermischt	Mit 4 Teilen Sand vermischt
<i>Direkt extrahierte Lipide %/0</i>							
mit Isopropanol direkt extrahiert							
1/2 Std. gekocht, 1 Std. extrahiert %/0	1,67	2,13	2,53	2,81	2,45	2,59	2,58
jeweils Kölbchen gewechselt							
1 weitere Stunde extrahiert %/0	0,24	0,15	0,04	0,01	—	—	—
1 weitere Stunde extrahiert %/0	0,11	0,06	0,01	0	—	—	—
1 weitere Stunde extrahiert %/0	0,11	0,04	0	0	—	—	—
2 weitere Stunden extrahiert %/0	0,11	0,08	0,03	0,02	(5h) 0,13	(5h) 0,03	(5h) 0,07
Total nach 6 1/2 Std. %/0	2,24	2,46	2,61	2,84	2,58	2,62	2,65
<i>Restfett</i>							
nach Aufschluß des extrahierten							
Rückstandes mit 4n-Salzsäure %/0	0,33	0,20	0,14	Spur	0,33	0,32	0,28
Summe (Lipoide + Restfett) %/0	2,57	2,66	2,75	2,84	2,91	2,94	2,93

fanden wir in der Teigware nur 2,27% Fett. Die direkte Extraktion mit Isopropanol in der 100 μ Fraktion ergab in einer Wiederholung 2,80% Gesamtlipoide.

Schlußfolgerungen

Aus diesen Versuchen geht hervor, daß die direkte Extraktion der Lipoide aus Teigwarenpulver nur bei einer ganz bestimmten Korngröße (ca. 100 μ) quantitativ gelingt. Bei gröberem Material bleibt ein beträchtlicher Teil der Lipoide im Material eingeschlossen, aber auch bei staubfein gemahlenden Proben ist die Extraktion unvollständig. Dies erklärt die Tatsache, weshalb die Gesamtlipoidbestimmung in verschiedenen Laboratorien oft so stark voneinander abweichende Werte ergab. Das Mahlen des Materials gibt erwartungsgemäß sehr unterschiedliche Korngrößenverteilungen. Nur bei einer bestimmten Siebfraktion ist eine annähernd quantitative Lipoidextraktion möglich. Die Methode der direkten Lipoidextraktion aus den gemahlenden Teigwaren muß als unzuverlässig beurteilt werden. Sie ist durch eine Aufschlußmethode zu ersetzen.

Zusammenfassung

Es wurden mit einer neuen Extraktionsapparatur systematisch Versuche zur Lipoidextraktion an gemahlenden Teigwaren angestellt.

Verschiedene Lösungsmittel und Lösungsmittelgemische wurden ausprobiert. An Stelle von Benzol-Aethanol kann Isopropanol benutzt werden.

Die Korngröße des Teigwarenpulvers ist von entscheidender Bedeutung für die Lipoidausbeute. Bei grobem Material bleibt ein beträchtlicher Anteil der Lipoide im Teigwarenpulver zurück. Aber auch bei staubfein gemahlendem Material ist die Extraktion unvollständig.

Die Methode der direkten Extraktion der Lipoide aus gemahlenden Teigwaren ist unzuverlässig und sollte durch eine Aufschlußmethode ersetzt werden.

Résumé

On a effectué systématiquement avec un nouvel appareil d'extraction des essais pour l'extraction des lipoides de pâtes moulues.

On a testé différents solvants et mélanges de solvants. On peut utiliser l'iso-propanol à la place de l'aethanol-benzène.

La granulation de la poudre des pâtes est très importante pour le rendement en lipoides. Si la matière n'est pas assez fine, il en reste une part importante dans la poudre de pâte. Mais aussi si la matière est trop fine, l'extraction est incomplète.

La méthode d'extraction directe des lipoides dans les pâtes moulues est incertaine et devrait être remplacée par une méthode de désagrégation.

Literatur

1. Schweiz. Lebensmittelbuch, 5. Auflage, 2. Band, Kapitel Teigwaren, Methode 20/06, S. 9. Eidg. Drucksachen- und Materialzentrale, Bern 1967.
2. Hadorn, H. und Mostertman, Hetty: Eine einfache Apparatur zur Extraktion der Gesamtlipoide in Teigwaren und Eipulvern. Mitt. Gebiete Lebensm. Hyg. **56**, 95—100 (1965).
3. Schweiz. Lebensmittelbuch, 4. Auflage, S. 131. Druck und Verlag Zimmermann und Cie AG, Bern 1937.
4. Schweiz. Lebensmittelbuch, 5. Auflage, 2. Band, Kap. 60, Elementare Tests zur Beurteilung von Meßdaten, S. 5. Eidg. Drucksachen- und Materialzentrale, Bern 1977.

K. Zürcher
Dr. H. Hadorn
Zentrallaboratorium der Coop Schweiz
Thiersteinerallee 12
CH-4002 Basel