

# Bestimmung von Chlorcholinchlorid in Weizen- und Haferkörnern und Mehl

Autor(en): **Goldhagen, M. / Meier, W.**

Objektyp: **Article**

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

Band (Jahr): **71 (1980)**

Heft 2

PDF erstellt am: **13.09.2024**

Persistenter Link: <https://doi.org/10.5169/seals-983518>

## **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.

## Bestimmung von Chlorcholinchlorid in Weizen- und Haferkörnern und Mehl

*M. Goldhagen* und *W. Meier*  
Kantonales Laboratorium, Zürich

### Einleitung

Chlorcholinchlorid (Chlormequat, Cycocel, 2-Chloräthyltrimethylammoniumchlorid, CCC) ist als wachstumsregulierender Wirkstoff von großer Bedeutung.

Die Rückstandsbestimmung von CCC in Körnern und Mehl bereitet aufgrund des großen Anteiles an lipophilen Stoffen sowie auch an nativem Cholin (CC) (1) ziemliche Schwierigkeiten. Die Verfasser der bislang erschienenen Publikationen weisen in ihren umfangreichen Methoden, welche die gesamte Palette chromatographischer Verfahren, wie die Gas-Chromatographie, Papier- und Dünnschicht-Chromatographie, Säulen- und Ionenaustauscher-Chromatographie, beinhalten, darauf hin (2—6).

Mit der nachfolgend beschriebenen Arbeitsmethode kann nun das CCC nach Extraktion mit Aethanol und anschließender zweimaliger Reinigung des Extraktes an einer Aluminiumoxidsäule direkt auf «DC-Fertigplatten Cellulose F» quantitativ nachgewiesen werden.

### Arbeitsvorschrift

#### *Reagenzien*

Aethanol 96 Vol.% chem. rein

Methanol p. a.

Aceton p. a.

Aluminiumoxid, neutral Woelm, 3 Std. bei 600°C geglüht im Exsikkator aufbewahrt

Glaswolle (mit Aceton gewaschen)

Dragendorffreagenzlösung nach Thies, Reuther mod. *Vágujfalvi* (7)

#### *Geräte*

Moulinex oder dergleichen

Rotationsverdampfer

Chromatographieröhre i. D. 7 mm, Länge 20 cm

Zentrifuge (4000 U/min)

DC-Fertigplatten Cellulose F 20 x 20 cm Art. 5718 Merck

Mikropipetten für DC

Dünnschichtchromatographietank für Dragendorffreagenz-Sprühlösung (Tauchbad) evtl. Densitometer, DC-Scanner

### *Herstellung der Aluminiumoxidsäule*

In ein Chromatographierohr, gefüllt mit etwas Glaswolle und zur Hälfte mit Aceton, läßt man langsam auf eine Füllhöhe von 10 cm Aluminiumoxid einrieseln.

Zur Vermeidung von Luftblasen rührt man dabei laufend mit einem Glasstab um. Mit ca. 40 ml Aceton wird die kompakt gefüllte Säule gereinigt und ist zur Eluierung bereit.

### *Extraktion*

25 g gemahlene Weizen- oder Haferkörner bzw. Mehl in einer Weithalsflasche mit 100 ml Aethanol über Nacht mittels Magnetrührer extrahieren und anschließend zentrifugieren. Von der überstehenden Lösung (ca. 80 ml) einen aliquoten Teil (50 ml) am Rotavapor bei 35 °C bis fast zur Trockne einengen. Den Rückstand in 2 ml Aethanol lösen und auf eine vorbereitete Aluminiumoxidsäule bringen. Mit 40 ml Methanol bei einer Tropfgeschwindigkeit von etwa 1 Tropfen pro 2 Sekunden eluieren und das Eluat am Rotavapor bei 35 °C einengen.

Der Rückstand wird mittels 2 ml Aethanol gelöst und erneut quantitativ auf eine vorbereitete Aluminiumoxidsäule gebracht und mit 60 ml Aceton: Methanol (82:18) bei einer Tropfgeschwindigkeit von etwa 1 Tropfen pro 2 Sekunden eluiert. Das Eluat wird wie oben am Rotavapor bei 35 °C eingeengt.

### *Dünnschichtchromatographie*

Den Rückstand von etwa 0,5 ml mit Aethanol auf 1 ml ergänzen und 25 µl (5 x 5 µl) — möglichst ohne Fettanteile — mit einer Mikropipette auf eine DC-Fertigplatte Cellulose F und als Vergleich Standardlösungen sorgfältig auftragen. Als 1. Fließmittel dient die von *Sachse* (3) angegebene Arbeitsweise zur Entfernung störender Substanzen und für die Trennung von CC/CCC dient das von *Bayzer* (8) angegebene Partridge-Gemisch:

1. Aceton, Kammersättigung, Laufzeit ca. 45 min
2. Butanol–Essigsäure–Wasser 4:1:5, Oberphase, Kammersättigung, Laufzeit ca. 4 h.

Nach der Entwicklung und Trocknung an der Luft taucht man die DC-Platte kurz in eine vorbereitete Dragendorffreagenz-Sprühlösung. Innert 30 min erreichen die rötlichen Flecken des CCC stärkste Intensität.

Rf-Wert	CC: 0,4
Rf-Wert	CCC: 0,5

Die Auswertung erfolgt visuell durch Vergleich der Fleckengröße und Intensität mit Standardlösungen oder densitometrisch bei 540 nm.

Für eine halbquantitative Bestimmung der Rückstände an CCC kann bereits das Eluat der ersten Aluminiumoxidsäule dünn-schichtchromatographisch ausgewertet werden (s. Abb. 1).

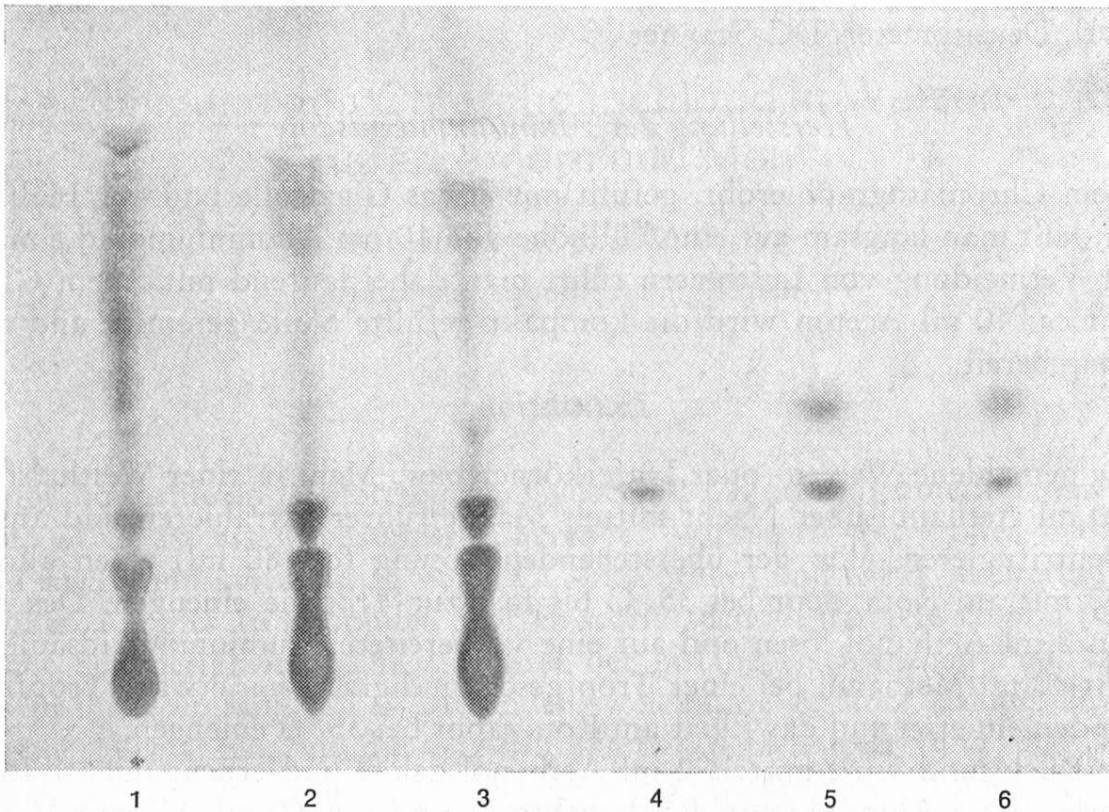


Abb. 1. Dünnschichtchromatographische Auftrennung eines Mehlextraktes

- Auftragung 1: Aethanolextrakt eines Mehles
- Auftragung 2: Eluat nach der 1. Alox-säule
- Auftragung 3: Eluat nach der 1. Alox-säule (Zusatz 1 ppm CCC)
- Auftragung 4: Eluat nach der 2. Alox-säule
- Auftragung 5: Eluat nach der 2. Alox-säule (Zusatz 1 ppm CCC)
- Auftragung 6: 0,3  $\mu\text{g}$  Cholinchlorid bzw. 0,3  $\mu\text{g}$  Chlorcholinchlorid (Standard)

Der Durchführung der DC ist ein besonderes Augenmerk zu schenken. Es sollte vom Endextrakt möglichst ohne jegliche Fettpartikelanteile ein DC aufgetragen werden. Nach jedem Auftragen ist auf gute Trocknung zu achten.

Die Tauchlösung sollte nicht älter als 3 Wochen sein, bei regem Gebrauch ist dieselbe öfter zu erneuern. Bei im Handel befindlichen Dragendorffreagenz-lösungen ist mittels Vorversuchen von Standardlösungen die gegebene Verdün-nung zur Erzielung bestmöglicher Fleckenintensität festzustellen.

### Resultate

Zu Mehl zugesetzte Mengen CCC (0,5 bzw. 1 ppm) konnten in je drei Versu-chen mit der beschriebenen Arbeitsmethode zu 80—90% wiedergefunden werden;

die Auswertung erfolgte durch visuellen Vergleich der Flecken mit Standardlösungen. Die Nachweisgrenze von CCC liegt bei 0,1 ppm und kann durch Verdoppelung der Einwaage auf 0,05 ppm gesteigert werden. Sowohl in 10 Mehlproben verschiedenster Art (Weißmehl, Halbweißmehl, Roggenmehl, Grahammehl, Bauernbrotmehl, Naturmehlmischung, Klostermehlmischung, Ruchmehl, Roggenschrot) als auch in 2 Proben Weizenkörner und 1 Probe Haferkörner konnten keine (<0,1 ppm) CCC-Rückstände nachgewiesen werden. Eine Probe Weizenkörner enthielt 0,2 ppm Rückstände an CCC.

### *Zusammenfassung*

Ziel dieser Arbeit war es, im Hinblick auf eine effiziente und rasche Lebensmittelkontrolle eine quantitative Methode auszuarbeiten, welche die mühsamen und zeitraubenden Reinigungsschritte der bislang bekannten Analysenmethoden zur Bestimmung von CCC in Körnern und Mehl wesentlich verkürzt. Direkte Extraktion aus gemahlene Körnern mittels Aethanol, anschließende Reinigung an einer Aluminiumoxidsäule und quantitativer Nachweis mittels «DC-Fertigplatten Cellulose F» erbrachten einen «recovery» von 80—90%.

### *Résumé*

Le but de ce travail était d'élaborer une méthode analytique quantitative d'exécution rapide et aisée pour déterminer le régulateur de croissance CCC dans les denrées alimentaires. La méthode décrite raccourcit notablement les purifications compliquées nécessaires dans les méthodes analytiques connues jusqu'ici pour le dosage du CCC dans la farine et les graines. Elle consiste en une extraction directe à l'éthanol des graines moulues. La purification de l'extrait est faite par chromatographie sur colonne à l'oxide d'aluminium. On procède ensuite à la détection quantitative au moyen de plaques CCM commerciales cellulose F. Le taux de recouvrement est de 80—90%.

### *Summary*

In order to determine CCC (growth regulator) in cereal grains and flour in a simpler and less time consuming way a new technique for its quantification was developed. In particular, the new method cuts down considerably on troublesome purification steps as needed by the actual technique. Thus, recovery of 80 to 90 percent has now been achieved through direct extraction of ground material with ethanol, subsequent purification on an aluminium oxide chromatographic column, followed by quantitative determination on prefabricated TLC plates of cellulose F.

### *Literature*

1. Chittenden, C. G., Laidman, D. L., Ahmad, N. and Wyn Jones, R. G.: Amino acids and quaternary nitrogen compounds in the germinating wheat grain. *Phytochemistry* **17**, 1209—1216 (1978).
2. Mooney, P. and Pasarela, N. R.: Determination of chlorocholine chloride residues in wheat grain, straw and wheat foliage. *J. Agr. Food Chem.* **15**, 985—995 (1976).

3. *Sachse, J.*: Ueber die Bestimmung von Chlorcholinchlorid (CCC) in Getreide. *Z. Lebensm. Untersuch. -Forsch.* **163**, 4, 274—277 (1977).
4. *Pfeilsticker, K.* und *Marx, F.*: Pyrolytisch-gaschromatographische Bestimmung von Chlorcholinchlorid in Getreide und Mehl. *Getreide, Mehl u. Brot* **32**, 268—272 (1978).
5. *Tafure, F.*, *Businelli, M.* and *Giusquiani, P. L.*: Gas-chromatographic determination of chlorcholine chlorid residues in natural tomato juice. *Analyst.* **95**, 675—679 (1970).
6. *Puchwein, P.*, *Schmidinger, G.*, *Hain, S.* und *Kruetzen, D.*: Bestimmung von Chlorcholinchlorid-Rückständen in Getreide nach dünn-schicht-chromatographischer Isolierung durch Remissionsspektralphotometrie. *Z. Lebensm. Untersuch. -Forsch.* **169**, 339—342 (1979).
7. *Stahl, E.*: *Dünnschichtchromatographie*, 2. Aufl. S. 829, Nr. 90. Springer-Verlag, Berlin, Heidelberg, New York 1967.
8. *Bayzer, H.*: *Dünnschichtchromatographische Trennung quaternärer Ammoniumverbindungen auf Celluloseschichten.* *Experientia* **20**, 233 (1964).

M. Goldhagen  
Dr. W. Meier  
Kantonales Laboratorium  
Postfach  
CH-8030 Zürich