

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

Herausgeber: Bundesamt für Gesundheit

Band: 61 (1970)

Heft: 3-4

Artikel: Quantitative gaschromatographische Vitamin-E-Bestimmung in Futtermitteln

Autor: Uebersax, P.

DOI: <https://doi.org/10.5169/seals-983244>

Nutzungsbedingungen

Die ETH-Bibliothek ist die Anbieterin der digitalisierten Zeitschriften. Sie besitzt keine Urheberrechte an den Zeitschriften und ist nicht verantwortlich für deren Inhalte. Die Rechte liegen in der Regel bei den Herausgebern beziehungsweise den externen Rechteinhabern. [Siehe Rechtliche Hinweise.](#)

Conditions d'utilisation

L'ETH Library est le fournisseur des revues numérisées. Elle ne détient aucun droit d'auteur sur les revues et n'est pas responsable de leur contenu. En règle générale, les droits sont détenus par les éditeurs ou les détenteurs de droits externes. [Voir Informations légales.](#)

Terms of use

The ETH Library is the provider of the digitised journals. It does not own any copyrights to the journals and is not responsible for their content. The rights usually lie with the publishers or the external rights holders. [See Legal notice.](#)

Download PDF: 08.02.2025

ETH-Bibliothek Zürich, E-Periodica, <https://www.e-periodica.ch>

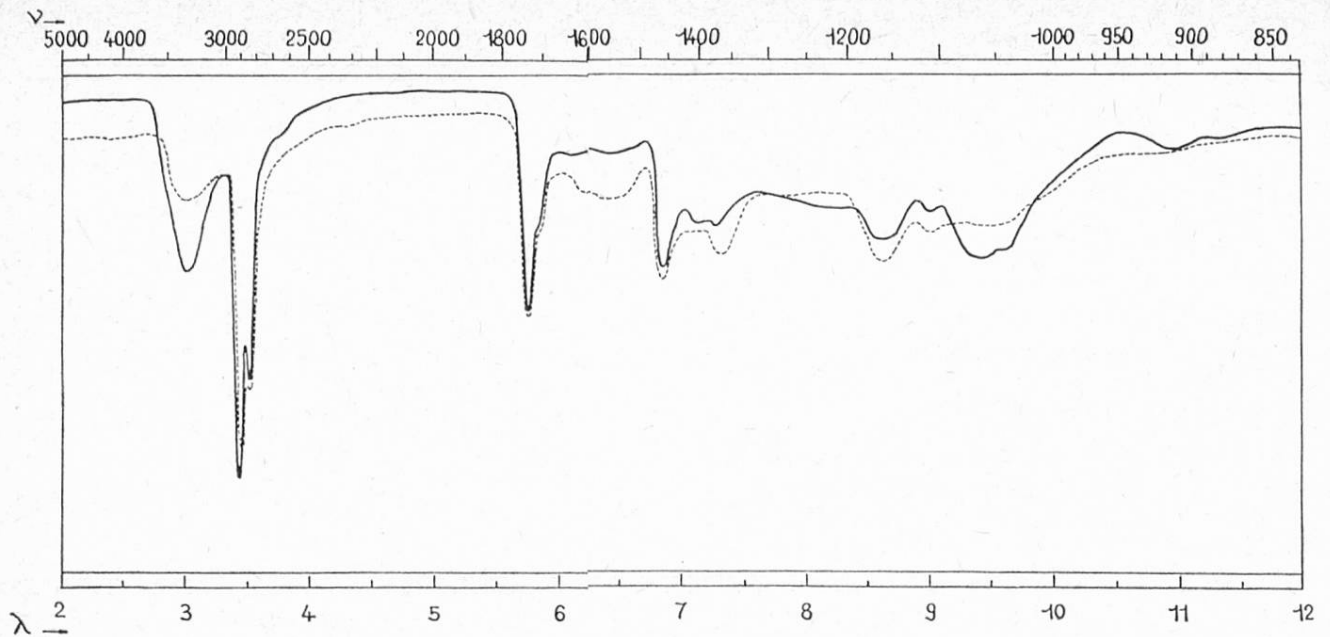


Fig. 19

— Mono-distéarate de propylèneglycol
 - - - Fraction II C du mono-distéarate de propylèneglycol
 Spectres enregistrés en solution dans le CCl₄

Quantitative gaschromatographische Vitamin-E-Bestimmung in Futtermitteln

P. Uebersax

Eidg. Forschungsanstalt für Agrikulturchemie Liebefeld-Bern
 (Direktor: E. Bovay)

1. Einleitung

Zur Kontrolle des Polyvitamin-Präparaten, Vitamin-Mineralstoffkonzentrationen und Mischfuttermitteln zugesetzten α -Tocopherolacetates wurde eine Methode gesucht.

Gegenstand einer weiteren Arbeit wird die einfache gaschromatographische Bestimmung der in Mischfutterkomponenten *natürlicherweise* vorhandenen Tocopherole sein.

Aus Gründen der Einfachheit und Zeitersparnis muß sich die Methode zur *routinemäßigen* gaschromatographischen Bestimmung eignen. Zu Kontrollzwecken

erachten wir deshalb eine mittlere Genauigkeit von $\pm 10\%$ als genügend. Vor allem suchten wir die relativ aufwendige dünn-schichtchromatographische Reinigung wie sie Müller (1) beschreibt zu umgehen. Die vom gleichen Autor (2) bei Mineral-salzmischungen vorgeschlagene zweistündige saure Verseifung ließen wir eben-falls weg. Auf Milchaustauschfutter ist die vorliegende Methode nicht anwend-bar, da bereits bei der Behandlung mit Eisessig das Milcheiweiß gefällt wird und derart zusammenballt, daß die Weiterbehandlung unmöglich ist. Wenn ein ge-wisses Volumen nicht überschritten werden soll, kann kein großer Ueberschuß an Eisessig verwendet werden. Andererseits darf die Einwaage dieser mit ca. 20 mg Vitamin E/kg angereicherten Produkte nicht zu klein sein. Die Lö-sung dieses Problems ist ebenfalls noch in Bearbeitung. Erfolgversprechend ist bisher einzig die quantitative Isolierung der Fette zusammen mit den Toco-pherolen wie sie Chow (3) beschreibt. Aus dem Extrakt der Verseifungslösung erscheint die Bestimmung möglich.

Die Gaschromatographie der Tocopherole ist wenig problematisch und wird von verschiedenen Autoren beschrieben (4, 5, 6, 7, 8). Alle schlagen mehr oder weniger hoch belegte SE 30-Säulen vor. Die apparativen Daten variieren ver-hältnismäßig wenig; so werden Säulentemperaturen von 210—270 °C benützt. Dabei mögen sich gute Trennungen ergeben, andererseits aber werden lange Re-tentionszeiten (bis zu 50 Minuten) in Kauf genommen. Vollkommen gleich ver-halten sich für dieses Problem OV-1 Säulen. Die Gesamtretentionszeit beträgt nach unserer Methode nur ca. 6 Minuten. Gewisse Schwierigkeiten bereitete anfänglich die Reinigung der einzuspritzenden Lösung. Die Tocopherole müssen in möglichst hoher Konzentration im Verhältnis zu den Verunreinigungen vorliegen. Es hat sich gezeigt, daß das Waschen mit 80 % Schwefelsäure nicht umgangen werden kann und daß das Prinzip der Substanzaufbereitung im wesentlichen Müller (1) ent-nommen werden kann. Nach der vorliegenden Methode kann dagegen mit be-deutend kleineren Volumina und weniger Zeitaufwand gearbeitet werden.

2. Prinzip

Die Substanz wird mit siedendem Eisessig aufgeschlossen, mit Aethanol-Aether die Eiweiße gefällt, filtriert und konzentriert. Anschließend Extraktion mit Petrolaether und Reinigung mit Schwefelsäure. Der Reinextrakt wird auf ein bestimmtes Volumen gebracht und eingespritzt. Durch Ausmessen der Peakhöhe wird anhand einer Eichkurve der Gehalt berechnet.

3. Reagentien

dl- α -Tocopherolacetat (Fluka)
Rovimix E 25 (Roche)
Eisessig p. a. (Merck)
Aethanol Ph. Helv. V.

Aethylaether Ph. Helv. V.
Aethanol-Aethylaether 1:1
Petrolaether Ph. Helv. V.
Schwefelsäure 80 % v/v purum
Natriumsulfat wasserfrei p. a. (Merck)

4. Arbeitsvorschrift

Je nach dem erwarteten bzw. deklarierten Vitamin-E-Gehalt die Einwaage so wählen, daß 0,5—10 mg Tocopherolacetat vorhanden sind. Zugabe von 100 ml Eisessig (werden über 50 g eingewogen 200 ml) und 15 Minuten im Schliff-Erlenmeyer am Rückfluß kochen. Zweckmäßig ist die Verwendung eines heizbaren Magnetrührers, damit am Gefäßboden keine Substanzverbrennung eintritt. Nach dem Abkühlen 40 ml Aethanol und 150 ml Aethylaether zugeben. (Bei eiweißreichen Produkten und bei höheren Einwaagen soviel, daß das Eiweiß möglichst vollständig ausfällt und die nachfolgende Filtration erleichtert wird). Den Kolben verschließen und intensiv schütteln. Auf einem Witt'schen Topf über eine G3-Fritte filtrieren und zweimal mit je 60 ml Aethanol-Aether 1:1 waschen. Am Rotationsverdampfer bei maximal 60 ° C auf 100 ml konzentrieren und mit 30 ml dest. Wasser in einem 300 ml Squibb-Scheidtrichter spülen. Die essigsäure Aufschlußlösung viermal mit 50 ml Petrolaether extrahieren. Die Phasen müssen sauber getrennt werden, damit die Säure bei der nachfolgenden Behandlung nicht verdünnt wird. Die vereinigten Extrakte mit 70 ml 80 % Schwefelsäure intensiv waschen (schütteln), bis die Petrolaetherphase farblos ist und sich die Farbe der Schwefelsäurephase nicht mehr ändert. Dieser Arbeitsgang kann bis 5 Minuten dauern (dabei tritt aber, wie wir nachwiesen, kein Verlust ein). Letztere noch dreimal mit 50 ml Petrolaether gegenwaschen. Den Petrolaether-Extrakt über Na_2SO_4 trocknen und am Rotationsverdampfer bei 60 ° C zur Trockne verdampfen. Den Rückstand mit Petrolaether quantitativ in einen 10 ml Meßkolben spülen und auffüllen (= einzuspritzende Lösung)*.

5. Eichlösungen. Eichkurve

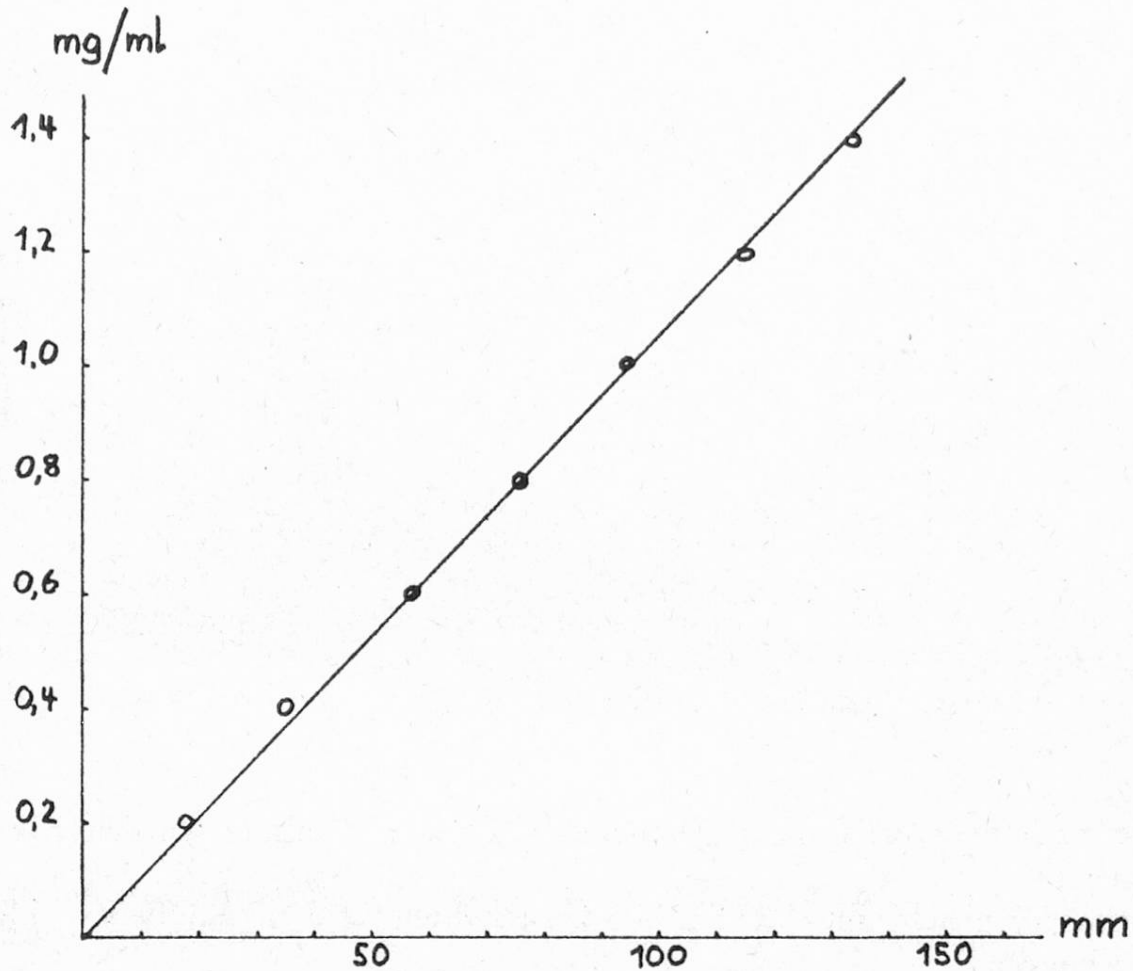
Stammlösungen: 1000 mg dl- α -Tocopherolacetat pro 100 ml Petrolaether. Davon 2; 4; 6;..... ml auf 100 ml verdünnen, entsprechend 0,2; 0,4; 0,6;..... mg/ml. Mit möglichst kleinem Kopfraum in Glasgefäßen bei Raumtemperatur im Dunkeln sind die Eichlösungen mindestens drei Monate haltbar.

Es werden je 1 μl Eichlösung eingespritzt und die Konzentrationen in mg/ml gegen die Peakhöhe in mm aufgetragen. Die Kurve läuft für den bearbeiteten Bereich praktisch linear.

* Ihre Haltbarkeit ist wesentlich geringer als diejenige der Eichlösungen. Es ist deshalb empfehlenswert, innerhalb 24 Stunden zu chromatographieren.

Berechnung

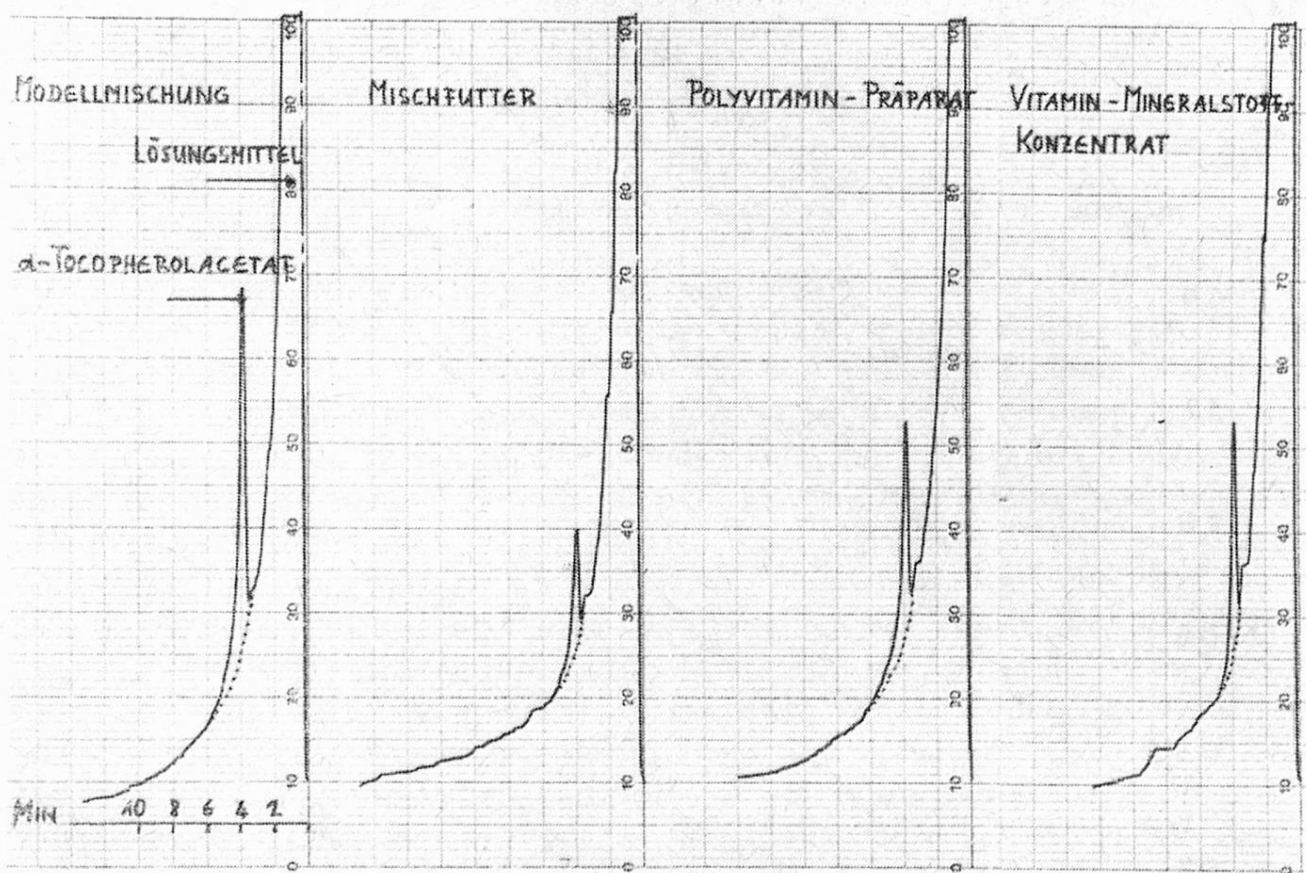
$$\text{mg/kg} = \frac{\text{mg/ml aus Eichkurve} \cdot 10\,000}{\text{Einwaage g}}$$



6. Apparatives

Gaschromatograph:	Perkin-Elmer Modell 881
Säulen:	2 m Glassäulen 3 % SE auf Chromosorb oder 3 % OV-1 auf Chrom Q 100/120
Säulentemperatur:	280 ° C isotherm
Detektor:	FID Luft/Wasserstoff
Detektortemperatur:	290 ° C
Einspritzblock:	290 ° C
Trägergas:	Stickstoff 30 ml/Minute
Abschwächung:	20× oder 50×
Papiervorschub:	240 mm/Stunde
Eingespritztes Volumen:	1 µl manuell

7. Ergebnisse. Diskussion



Die nach der vorliegenden Methode erhaltenen Resultate wurden wie folgt verifiziert:

- durch Vergleich mit labormäßig hergestellten und vitaminisierten Modellmischungen
- durch parallele Bestimmungen eines amtlichen Labors.

Produkt	Amtl. Ergebnisse mg/kg	Ergebnisse Roche mg/kg	Eigenes Ergebnis mg/kg
Modellmischung (Soll 1000)	—	—	966
Modellmischung (Soll 1000)	—	—	962
Modellmischung (Soll 1500)	—	—	1430
Modellmischung (Soll 1500)	—	—	1440
Mineralfutter	1000	—	984
Mineralfutter	—	42	44
Mineralfutter	—	150	158
Mineralfutter	—	485	428
Mineralfutter	410	—	533

Die vorliegende Arbeit wurde auf Veranlassung von Herrn Dr. K. Hüni, Sektionschef, ausgeführt. Für seine Unterstützung sei bestens gedankt. Verdankt wird auch die Assistenz von Herrn dipl. Ing. Agr. C. Pedretti. Freundlicherweise führte Herr Dr. Ch. Fäßler, Hoffmann-La Roche, für uns zu Vergleichszwecken einige Vitamin-E-Bestimmungen durch.

Zusammenfassung

In Polyvitamin-Präparaten, Vitamin-Mineralstoffmischungen und Mischfuttermitteln wird Vitamin E als Acetat vorliegend gaschromatographisch bestimmt. Die Vorbehandlung der Substanz ist einfach, eine Säulen- oder DC-Reinigung wird weggelassen. Die Methode und die Apparatedaten werden ausführlich beschrieben. Für Routineuntersuchungen ist eine mittlere Genauigkeit von $\pm 10\%$ genügend.

Résumé

Une méthode de dosage de la vitamine E par chromatographie en phase gazeuse dans les concentrés vitaminés, les mélanges minéraux vitaminés et les aliments mélangés des animaux a été mise au point. Le traitement préliminaire des produits analysés a été simplifié; une purification par passage sur colonne absorbante ou par couche mince est superflue. La méthode de dosage et les caractéristiques des appareils sont décrites. Le procédé recommandé est utilisable pour des analyses en série; sa précision est de $\pm 10\%$.

Summary

Vitamin E is determined by GLC in powdery multivitamin products, mineralfeed, and mixedfeeds. The treatment of the substance is simple and a purification on columns or thin-layers was not used. The method and the parameters of the apparatus are exactly described. The procedure is qualified for analysis in series and works with an exactness of $\pm 10\%$.

Literatur

1. Müller-Mulot W.: Z. Anal. Chem. **239**, 378—387 (1968).
2. Müller-Mulot W.: Z. Anal. Chem. **248**, 25—28 (1969).
3. Chow C. K. et al.: Anal. Biochem. **32**, 81 (1969).
4. Slover Hal T. et al.: JAOCS **46** 417—420 (1968).
5. Bunnell R. H. et al.: J. Agr. Food Chem. **16**, 659—664 (1968).
6. Nelson J. P. and Milun A. J.: JAOCS **45**, 848—851 (1968).
7. Libby D. A. and Sheppard A. J.: JAOAC **47**, 371—376 (1964).
8. Bowman P. B. and West W. E.: J. Pharm. Sci. **57**, 470—473 (1968).