

Bachelor-Abschlussarbeit

Thema:

Entwicklung einer semi-quantitativen Analyse zur Restalkoholbestimmung in Pektin

Zusammenfassung:

Bei der Gewinnung von Pektin wird eine saure Extraktion pflanzlicher Rohstoffe, gegebenenfalls mit anschließender Modifikation, je nach Einsatzgebiet des Pektins, durchgeführt. Als Rohstoff werden bei der CP Kelco Germany GmbH hauptsächlich Zitrusfruchtschalen und Zuckerrübenschnitzel verwendet. Nach Extraktion und Abtrennung der festen Rohstoffbestandteile wird eine Konzentrierung durchgeführt. Das Pektin im so gewonnenen Extrakt wird durch Zugabe von 2-Propanol gefällt, anschließend abgetrennt, gewaschen, getrocknet und vermahlen. Der Alkohol wird vor der Trocknung mittels Dampfstrippung entfernt. Gemäß Lebensmittelrecht darf das finale Produkt eine bestimmte Menge an Restalkohol nicht überschreiten. In diesem Fall liegt der Grenzwert bei 1 %.

Eine Analysemethode zur Bestimmung des Alkoholgehaltes ist vorhanden (GC Headspace), jedoch sind die notwendigen Gerätschaften nicht vor Ort verfügbar, so dass die Ergebnisse nicht für eine schnelle Prozesssteuerung herangezogen werden können. Daher ist das Ziel dieser Bachelorarbeit die Entwicklung einer semi-quantitativen Analyse zur Bestimmung des Restalkoholgehalts in Pektin. Die Methode soll es erlauben, eine generelle Aussage hinsichtlich des Über- oder Unterschreitens des Alkoholgrenzwertes zu treffen. Dafür sollten vorhandene Analysatoren und schnelle Labormethoden auf ihre prinzipielle Eignung hin geprüft und verglichen werden.

Es wurde überprüft, ob es möglich ist, den Alkoholgehalt gravimetrisch zu bestimmen. Für diese Methode wurde ein Feuchtebestimmer verwendet. Aufgrund von weiteren Begleitsubstanzen und der Restfeuchte mit einhergehender Azeotropbildung wurde ermittelt, dass dieser Nachweis nicht spezifisch genug ist. Daher wurde in weiteren Versuchen eine chemische Nachweisreaktion mit Cer(IV)ammoniumnitrat durchgeführt. Bei Anwesenheit von Alkohol färbt sich der Cer(IV)ammoniumnitratkomplex von gelb zu rot. Für die quantitative Analyse wurde die Absorption des Komplexes via UV/Vis-Photometrie gemessen und die Konzentration über ein Standardkalibrierverfahren ermittelt. Aufgrund der Trübungen von pektinhaltigen Lösungen ist eine photometrische Bestimmung nicht sinnvoll. Daher wurden Versuche zur Extraktion des Alkohols aus dem Pektin durchgeführt. Mittels Destillation, Flüssig-Flüssig-Extraktion und Ultrafiltration sollte der Alkohol aus der Matrix abgetrennt und analysiert werden.

Ein weiteres Nachweisverfahren wurde in Kooperation mit der Firma Dräger entwickelt. Bei dieser Methode wurde der anwesende Alkohol im Pektin durch Erhitzen in die Gasphase überführt und über eine Pumpe durch ein Dräger-Röhrchen zum Nachweis von 2-Propanol geleitet.

Alle durchgeführten Methoden zeigten keine Übereinstimmungen mit den Werten der Referenzmethode. Daher wurde eine Kooperation mit der Firma Metrohm angestrebt, welche eine quantitative Bestimmung der Alkoholkonzentration über Nahinfrarotspektroskopie entwickeln sollte. Eine erste Machbarkeitsstudie lieferte positive Resultate.

Verfasser: Rouven Smolin

Betreuerin: Prof. Dr. rer. nat. Veronika Hellwig

Datum der Abgabe: 26.04.2016