
VI. NEUE UNTERSUCHUNGSMETHODEN UND PROJEKTE

6.1 Furan in Lebensmitteln mittels Mikrodestillation

Die herkömmliche Bestimmungsmethode mittels Dampfraum-Gaschromatographie/Massenspektrometrie ist sehr zeitaufwändig. Mit der Mikrodestillation lassen sich mehrere Proben in wesentlich kürzerer Zeit Proben für die GC/MS-Messung aufarbeiten.

Furan wurde zwar schon 1938 chemisch in Kaffee nachgewiesen, der chromatografische Nachweis gelang aber erst 1963. Für eine erste toxikologische Bewertung dauerte es nochmals dreißig Jahre. Nachdem Furan im Rahmen der NTP-Studie im Tierversuch als kanzerogen eingestuft wurde, stuft auch die WHO 1995 Furan als möglicherweise krebserregend für den Menschen ein. Nachdem die FDA 2004 über Furangehalte bis zu 120 mg/kg in Lebensmitteln berichtet hat, begannen intensive Untersuchungen hierzu

Die dazu veröffentlichte Methode – Dampfraum-GC-MS über Standardaddition – machen je Probe sieben Additionen und ein bis zwei Orientierungsmessungen notwendig.

Eine Reduzierung der Standardadditionen wird problematisch gesehen. So kann bei einer Vereinfachung hin zur einfachen Isotopenverdünnungsanalyse ein und dieselbe Kaffeeprobe bei steigenden Inkubationstemperaturen auch steigende Furangehalte zeigen.

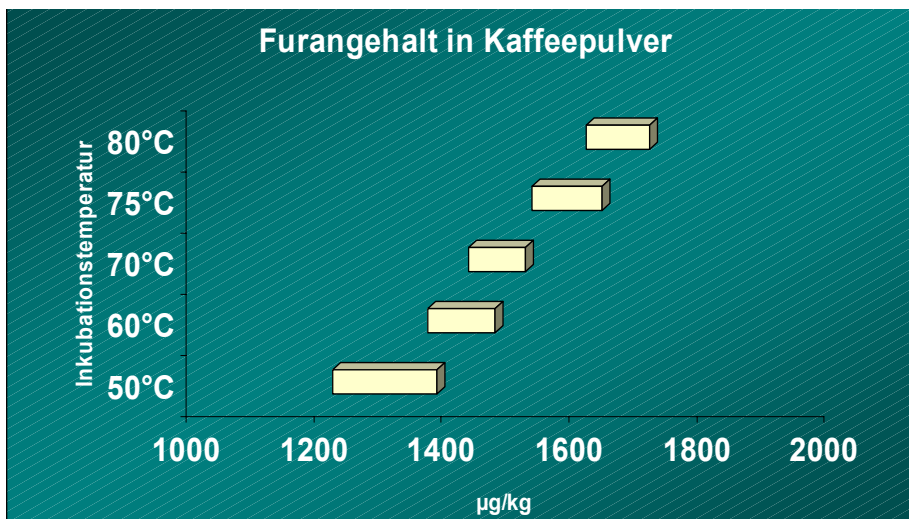


Abbildung: Furan in Kaffeepulver, einfache Isotopenverdünnungsanalyse

Durch eine vollständig ausgeführte Standardadditionsmethode nach der FDA-Vorschrift scheint dieser Effekt weitgehend ausgeglichen zu werden. Allerdings zeigte sich bei Untersuchungen an sechs verschiedenen Kaffeepulverproben, dass bei unterschiedlichen Inkubationstemperaturen – je nach Probe – auch deutliche Schwankungen im Furangehalt festzustellen sind. Ein eindeutiger Trend wie bei der einfachen Isotopenverdünnungsanalyse ist nicht zu erkennen.

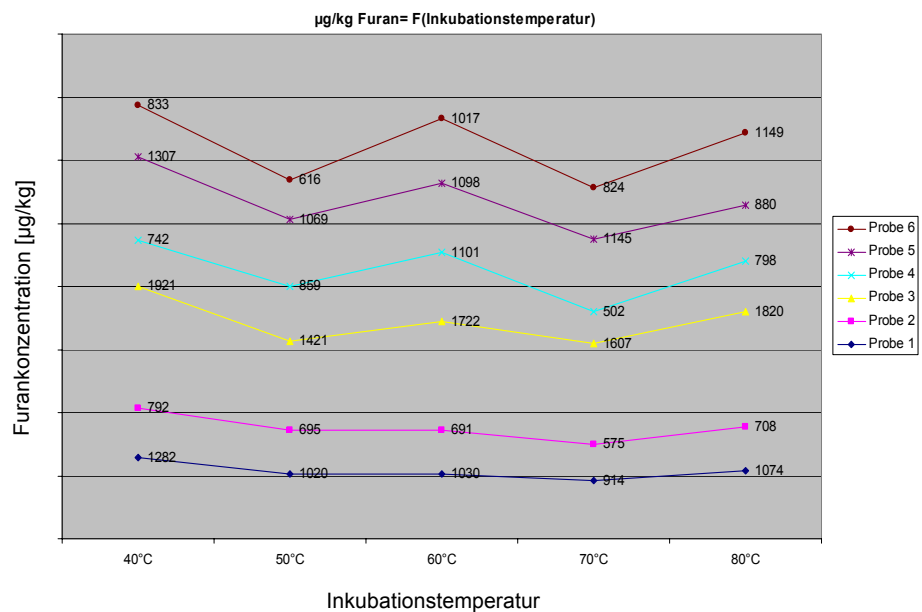


Abbildung: Sieben-Punkt-Standardadditionsmessung mit variabler Inkubationstemperatur (=Methode nach FDA)

Angesichts des hohen Zeitbedarfs für eine Analyse nach der FDA-Methode wurde eine Bestimmungsmethode mittels Wasserdampfdestillation im Mikromaßstab etabliert. Bei dieser Mikrodestillation handelt es sich um eine tragbare Destillationsapparatur der Fa. Eppendorf, mit der sechs Probenansätze gleichzeitig destilliert werden können. Als Probenvorlage dient wie bei der Dampfraum-Bestimmung ein Headspace-Gläschen, in das die Probe eingewogen wird.



Abbildung: Mikrodestillations-Apparatur

Durch Erhitzen werden die wasserdampfvlüchtigen Stoffe der Probe in ein gekühltes Vorlagegefäß mit Lösungsmittel überdestilliert. Das im Lösungsmittel gelöste Furan wird mittels GC/MS über deuteriertes Furan als internem Standard bestimmt.

Die Mikrodestillier-Methode liefert im Vergleich mit der FDA-Methode vergleichbare Werte. Sowohl im hohen Konzentrationsbereich als auch im Spurenbereich sind die Variationskoeffizienten des Verfahrens mit 2,6% und 12,4% gut.

	Kaffeepulver DGC	Kaffeepulver Mikrodistiller	Kaffeegetränk DGC	Kaffeegetränk Mikrodistiller
Mittelwert	1798 µg/kg (Standard- addition)	2085 µg/kg (n=5)	37µg/ L(Standard- addition)	33 µg/L (n=6)
Vertrauensbereich (95%)		66 µg/kg		5 µg/L
Variationskoeffizient		2,6 %		12,4 %

Tabelle: Vergleich DGC (FDA-)Methode und Mikrodistillertechnik

Literatur: Kuballa T. et.al.: Furan in Kaffee und Kaffeegetränken. Deutsche Lebensmittel-Rundschau (2005), 6, 229–235

6.2 FTIR zur schnellen Screening-Untersuchung von Bier und Spirituosen

Fourier-Transformations-Infrarot (FTIR) Spektroskopie in Verbindung mit multivariater Datenanalyse wurde am CVUA Karlsruhe erstmals für die Qualitäts- und Authentizitätskontrolle von Spirituosen und Bier im Rahmen der amtlichen Lebensmittelüberwachung etabliert.

Die FTIR-Spektren wurden mit einem Gerät gemessen, das speziell für die Analyse von alkoholischen Getränken konstruiert wurde (Foss Winescan FT 120). Das Messsystem umfasst eine Injektionseinheit für Flüssigproben und thermostatisiert die Getränke automatisch. Nur zwei Minuten werden für eine FTIR-Messung benötigt. Bei Spirituosen ist keinerlei Probenvorbereitung erforderlich. Bierproben wurden vor der Analyse entgast, um störendes CO₂ zu entfernen.

Mit der PLS-Regression wurden die FTIR-Spektren mit Ergebnissen der Referenzanalytik korreliert. Durch Validierung mit einem unabhängigen Probenatz konnte eine hervorragende Übereinstimmung für die Spirituosenparameter Dichte, Ethanol, Methanol, Ethylacetat, Propanol-1, Isobutanol, 2-/3-Methyl-1-butanol und für die Bierparameter Ethanol, Dichte, Stammwürze, Milchsäure belegt werden. Weitere Bierparameter wie pH-Wert, Bitterwert, EBC-Farbe zeigten eine geringere Korrelation, können aber immerhin semi-quantitativ im Kontext einer Screening-Analyse mitbestimmt werden. Das gleiche gilt für Ethylcarbammat und Blausäure in Spirituosen, wobei hier der Vorteil der schnellen FTIR-Methode gegenüber der aufwändigen Referenzanalytik mit Tandem-Massenspektrometrie besonders deutlich wird.

Zusätzlich zu der quantitativen Analyse können die FTIR-Ergebnisse einer Hauptkomponentenanalyse unterzogen werden. Hierbei können z.B. wertgeminderte Obstbrände, die aus mikrobiell verdorbenen Maischen hergestellt wurden, erkannt werden. Ein Beispiel ist auf der Abbildung auf Seite 92 gezeigt. Es ist darüberhinaus zu erkennen, daß Kirschbrände von Mirabellen- und Zwetschgenbränden unterschieden werden können.

Unsere Ergebnisse zeigen, daß FTIR eine einsatzfähige Methode für die Qualitätskontrolle von alkoholischen Getränken darstellt. Eine quantitative

Auszeichnung
der wissen-
schaftlichen
Arbeit mit dem
Bruno-Roß-
mann-Preis
2005

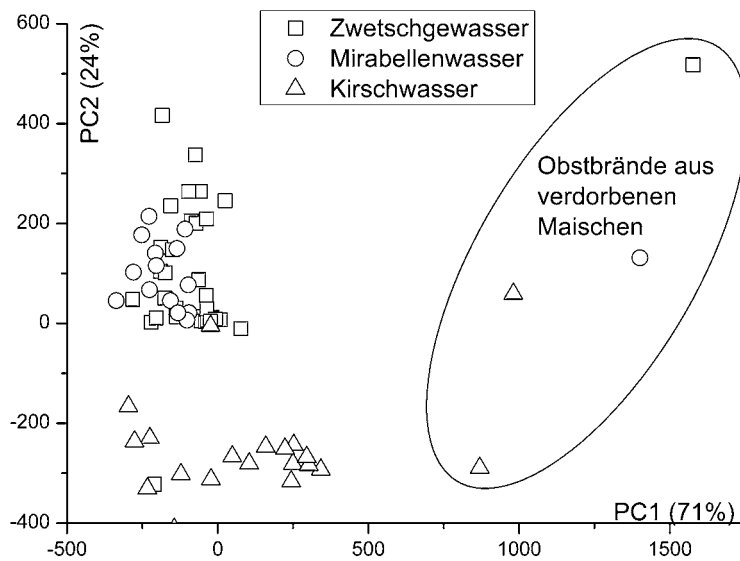


Abbildung: Multivariate Datenanalyse von Zwetschgewässer, Mirabellenwasser und Kirschwasser

Bestimmung von wertbestimmenden Bestandteilen und eine chemometrische Klassifizierung sind simultan möglich. Im Laborbetrieb des CVUA Karlsruhe ist damit eine wesentlich effizientere Überwachung alkoholischer Getränke möglich geworden. Nur noch auffällige Proben müssen mit den teuren, zeitraubenden und personalintensiven Referenzmethoden abgesichert werden. Die im Jahr 2005 untersuchte Probenzahl alkoholischer Getränke konnte damit bei gleichem Personaleinsatz gegenüber den Vorjahren mehr als verdoppelt werden.

Literatur:

Lachenmeier, DW. Rapid screening for ethyl carbamate in stone-fruit spirits using FTIR spectroscopy and chemometrics. *Analytical & Bioanalytical Chemistry*, 382(6), 1407–1412 (2005).

Lachenmeier DW, Richling E, López MG, Frank W, Schreier P. Multivariate Analysis of FTIR and Ion Chromatographic Data for the Quality Control of Tequila. *Journal of agricultural and food chemistry*, 53(6), 2151–2157 (2005).

Lachenmeier DW. Rapid quality control of spirit drinks and beer using multivariate data analysis of Fourier transform infrared spectra. *Food chemistry* (2006).

6.3 Bestimmung von Ethylcarbamat in Steinobstbränden mittels HS-SPME/GC/MS/MS

Ethylcarbamat ($C_2H_5OC(=O)NH_2$), auch bezeichnet als Urethan oder Carbamidsäureethylester, ist ein kanzerogener und genotoxischer Stoff. In Steinobstbränden können toxikologisch relevante Gehalte bei mangelhaftem Herstellungsprozess gebildet werden.

Im Jahre 2004 wurden in Baden-Württemberg 27% aller Steinobstbrände beanstandet. Die herkömmliche Bestimmungsmethode mittels Flüssig-Flüssig-Extraktion mit Extrelutsäulen ist sehr zeitaufwändig (1,5 h je Probe) und benötigt große Mengen an Lösungsmitteln (40 ml Pentan und 90 ml Dichlormethan pro Probe).

In der vorliegenden Arbeit wird erstmals eine vollautomatisierte Methode mittels HS-SPME/GC/MS/MS zur Bestimmung von Ethylcarbamat vorgestellt. Besonderes Merkmal der SPME (Solid-phase Microextraction) ist, dass es sich um eine einfache, schnelle und lösungsmittelfreie Extraktionsmethode handelt. Nach Zugabe des Internen Standards (deuteriertes Ethylcarbamat), pH7-Puffer und Natriumchlorid wird mit einer Carbowax/Divinylbenzen-Faser für 30 Minuten bei 70 °C aus dem Headspace extrahiert. Anschließend werden die für das Ethylcarbamat charakteristischen Fragmentierungen mittels GC/MS/MS im Multiple Reaction Monitoring-Modus unter Verwendung eines Tripelquadrupols quantitativ analysiert. Es handelt sich dabei um die Massen m/z 62 > 44 für das Ethylcarbamat, m/z 64 > 44 für das deuterierte Analogon und m/z 74 > 44 für die Qualifizierung.

Die HS-SPME/GC/MS/MS-Bestimmung ist eine effiziente Methode zur Bestimmung von Ethylcarbamat

Im untersuchten Konzentrationsbereich (0,1–5 mg/l) konnte eine sehr gute Linearität festgestellt werden ($r = 0,998$). Ebenso wurde eine gute Präzision unter Laborbedingung (4,3%) und unter Wiederholbedingungen (8,2%) erhalten. Die Nachweisgrenze und die Bestimmungsgrenze nach DIN 32645 betragen 0,03 mg/l und 0,11 mg/l. Im Vergleich von 54 Steinobstbrandproben konnte eine gute Übereinstimmung der SPME-Methode mit der herkömmlichen Methode festgestellt werden ($r = 0,956$; $P < 0,0001$).

Die SPME-Methode erlaubt eine effiziente und ökonomische Kontrolle des Ethylcarbamatgehalts in Steinobstbränden. Die damit erreichbare Steigerung der Probenzahlen wird zu einer wesentlichen Verbesserung des Verbraucherschutzes führen.

Literatur:

1. Lachenmeier DW, Schehl B, Kuballa T, Frank W, Senn T (2005) Food Addit. Contam. 22: 397–405.
2. Schehl B, Lachenmeier DW, Senn T, Heinisch, JJ (2005) J. Agric. Food Chem. 53: 8230–8238.
3. Jahresbericht der Lebensmittelüberwachung in Baden-Württemberg für das Jahr 2004. <http://www.untersuchungsaeamter-bw.de/pdf/gjb2004.pdf>.
4. Lachenmeier DW, Frank W, Kuballa T (2005) Rapid Commun. Mass Spectrom. 19: 108–112.
5. Lachenmeier DW, Nerlich U, Kuballa T (2006) J. Chromatogr. A 1108(1): 116–120.

6.4 Nachweis Shigatoxin-produzierender *Escherichia coli* (STEC) mittels PCR und Kolonie-DNA-Hybridisierungstechnik

Kurzbeschreibung einer neu eingeführten Methode und Abschätzung des Risikopotentials

Die Gattung *Escherichia* gehört zur Familie der Enterobacteriaceae. *Escherichia coli* ist ein gramnegatives Stäbchenbakterium, das Bestandteil der natürlichen Dickdarmflora von Mensch und Tier ist. Die Species *Escherichia coli* enthält aber auch pathogene Stämme, die sich von den anderen apathogenen Stämmen durch den Besitz besonderer Virulenzfaktoren, nämlich dem Shigatoxin 1 und 2 auszeichnen. Vor 20 Jahren wurde die Gruppe dieser Shigatoxin-produzierenden *E. coli* (STEC), die auch als Verotoxin-produzierende

Escherichia coli (VTEC) bezeichnet werden, erstmals in Deutschland nachgewiesen. STEC-Keime kommen insbesondere im Darm von Wiederkäuern wie Rind, Schaf und Ziege vor und können über Verschmutzungen bei der Fleischgewinnung und -verarbeitung auf die Lebensmittel gelangen. Aufgrund ihrer Säureresistenz ist die Infektionsdosis für den Menschen außerordentlich niedrig und liegt bei nur 10–100 Keimen.

Die Übertragung auf den Menschen kann über Lebensmittel, aber auch durch Ansteckung von Mensch zu Mensch oder durch Kontakt mit Wiederkäuern (Rind, Schaf, Ziege), z.B. beim Besuch von Bauernhöfen und Streichelzoos erfolgen. STEC ist ein meldepflichtiger Zoonoseerreger. Zu den durch STEC verursachten schweren Krankheiten zählen die hämorrhagische Kolitis (blutige Durchfälle) und das lebensbedrohliche hämolytisch-urämische Syndrom (Nierenversagen), das insbesondere bei kleinen Kindern auftritt. Die Anwendung von Antibiotika ist wegen der vermehrten Freisetzung der Shigatoxine zumindest umstritten.

Molekular-
biologischer
Nachweis und
Keimisolierung

Nach einer zweistufigen kulturellen Anreicherung der STEC-Keime wird die DNA der Bakterien aus den Zellen extrahiert. Die Toxingene werden molekularbiologisch mittels konventioneller PCR (Polymerase-Kettenreaktion) und entsprechenden Startsequenzen amplifiziert und im Agarosegel sichtbar gemacht. Werden keine Verotoxingene gefunden, ist damit die Untersuchung der Lebensmittelprobe abgeschlossen. Lassen sich jedoch Toxingene erfolgreich detektieren, schließt sich in einem weiteren Schritt die Kolonie-DNA-Hybridisierung an, mit dem Ziel, den toxinbildenden Mikroorganismus aus der Lebensmittelprobe zu isolieren. Für die Hybridisierung wird eine selbst hergestellte markierte DNA-Sonde, die gegen die Shigatoxingene gerichtet ist, verwendet. Die aus der Anreicherungskultur auf einem Nährboden angezüchteten *Escherichia coli*-

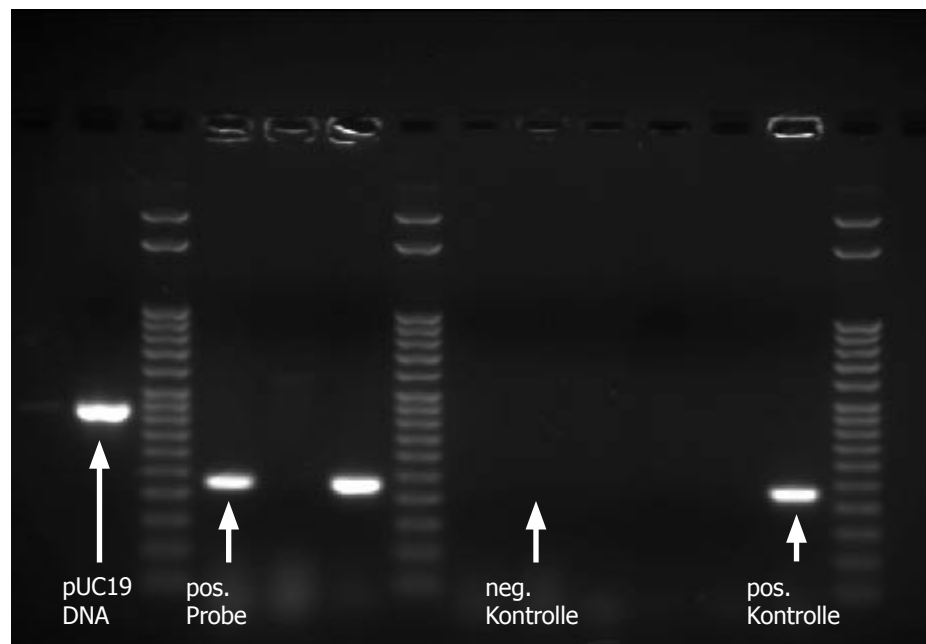


Abbildung: Gelelektrophoretische Auftrennung von positiver/negativer Probe, inkl. Kontrollen (Positiv-, Negativ- und Amplifikationskontrolle mit pUC19-DNA)

Kolonien werden mittels Abklatsch auf eine Nylon-Membran übertragen und fixiert. An die Toxingene dieser *Escherichia coli*-Zellen lagert sich die DNA-Sonde spezifisch an (sog. Hybridisierung). Die Hybrid-DNA wird anschließend durch Färbung über verschiedene Antikörper- und Oxidationsreaktionen sichtbar gemacht. Die Technik ermöglicht das spezifische Auffinden der toxinproduzierenden Bakterienkolonien auf dem Nährboden. Sind die Bakterien in Reinkultur isoliert, lassen sie sich auf weitere wichtige Virulenzfaktoren molekularbiologisch untersuchen. Die beiden Genprodukte HämolyisinA und Intimin verstärken die Virulenz der Bakterien und werden in einem weiteren PCR-Lauf zusammen mit den Shigatoxingenen nachgewiesen.

Dieses komplexe und aufwändige molekularbiologische Nachweisverfahren ist erfolgreich am CVUA Karlsruhe eingeführt und etabliert worden. In 2005 wurden 137 unterschiedliche Lebensmittelproben, die von rohem Rind-, Lamm- und Schweinefleisch über Geflügelfleisch bis zu diversen Rohmilcherzeugnissen reichten, auf STEC untersucht. Dabei konnten in acht Proben (5,8%) Shigatoxingene nachgewiesen werden. Bei vier Proben (3%, 2 × Rind-, 1 × Lamm-, 1 × Schweinefleisch, jeweils roh) gelang mittels Kolonie-DNA-Hybridisierung auch die Keimisolierung von Shigatoxin-bildenden *Escherichia coli* aus den Lebensmitteln. Die anschließende Gencharakterisierung lieferte jeweils STEC-Keime mit Shigatoxin 2 als alleinigem Pathogenitätsfaktor, in einem Fall auch in Kombination mit HämolyisinA. Das die Virulenz der Bakterien noch verstärkende Intimin-Gen konnte nicht nachgewiesen werden. Wegen der unmittelbaren gesundheitlichen Gefährdung ist die Untersuchung von verzehrfertigen Lebensmitteln von besonderer Bedeutung. Im Berichtsjahr ließen sich STEC-Keime weder in rohem Hackfleisch noch in Rohwürsten und Rohmilcherzeugnissen nachweisen.

Gefährdung für
den Verbraucher
gering

Wird STEC in rohem Fleisch nachgewiesen, kann man davon ausgehen, dass der Verbraucher das Fleisch erst nach Erhitzung verzehrt und damit den Krankheitserreger abtötet. Kommt STEC in verzehrfertigen Lebensmitteln vor (z.B. Rohmilchkäse, Rohwurst, Hackfleisch), besteht eine unmittelbare Gesundheitsgefahr für den Konsumenten. Daher werden diese Lebensmittel auch zukünftig regelmäßig auf STEC untersucht werden. Um eine STEC-Infektion zu vermeiden, sollten Verbraucher die gängigen Hygieneregeln beim Umgang mit Lebensmitteln im Privathaushalt befolgen, wie z.B. Auftauflüssigkeit entfernen, Kontakt zwischen rohem Fleisch und verzehrfertigen Lebensmitteln wie Salat vermeiden, Fleisch stets gut durchgaren (mind. 70°C für 10 min.). Insbesondere Kinder, ältere Menschen und Personen mit Grunderkrankungen sollten auf den Genuss von nicht wärmebehandelten Lebensmitteln wie Rohmilch, Rohmilchkäse, rohes Hackfleisch, streichfähige Rohwürste verzichten.

Literatur:

1. Kern B (2006) Molekularbiologischer Nachweis Shigatoxin-produzierender *Escherichia coli* (STEC) in Hackfleisch/Rohwurst und Rohmilchprodukten und die Isolierung und Charakterisierung von pathogenen STEC Stämmen mittels DNA Hybridisierungstechnik, Lebensmittelchemie, im Druck
2. Amtliche Sammlung von Untersuchungsmethoden nach § 35 LMBG (Mai 2002) L 07.18.1

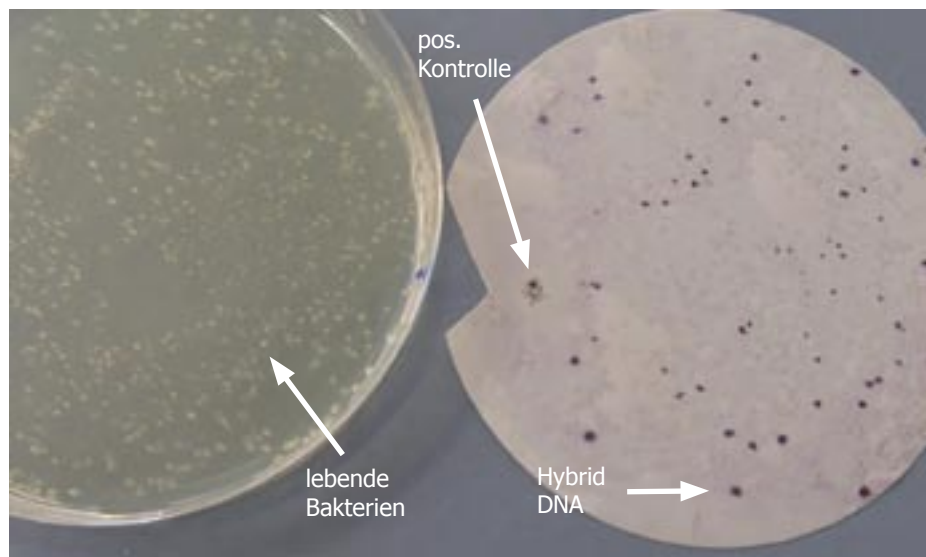


Abbildung: Vergleich – Masterplatte mit Kolonien und Nylonmembran mit Hybrid DNA

6.5 Neue schnelle LC-MS/MS Methode für die Analyse von Mohn und mohnhaltigen Lebensmitteln

Durch kurze Extraktions- und Analysenzeiten können hohe Probenzahlen in kurzer Zeit auf Morphin, Codein und andere Opiate untersucht werden

Zur Analyse von Opiaten in Mohn und mohnhaltigen Lebensmitteln sind überwiegend GC bzw. GC-MS- und HPLC-DAD-Methoden publiziert. Beide Methoden sind für die Analyse von Opiaten in Lebensmitteln jedoch nicht ideal. Bei GC-Methoden müssen die relativ gut wasserlöslichen Opiate über zeitaufwändige Extraktions- und Clean-up-Schritte in ein GC-geeignetes Lösungsmittel überführt werden. Zusätzlich ist eine Derivatisierung erforderlich, da der Analyt nicht flüchtig ist. Auch HPLC-DAD-Methoden sind für die Analyse von Opiaten

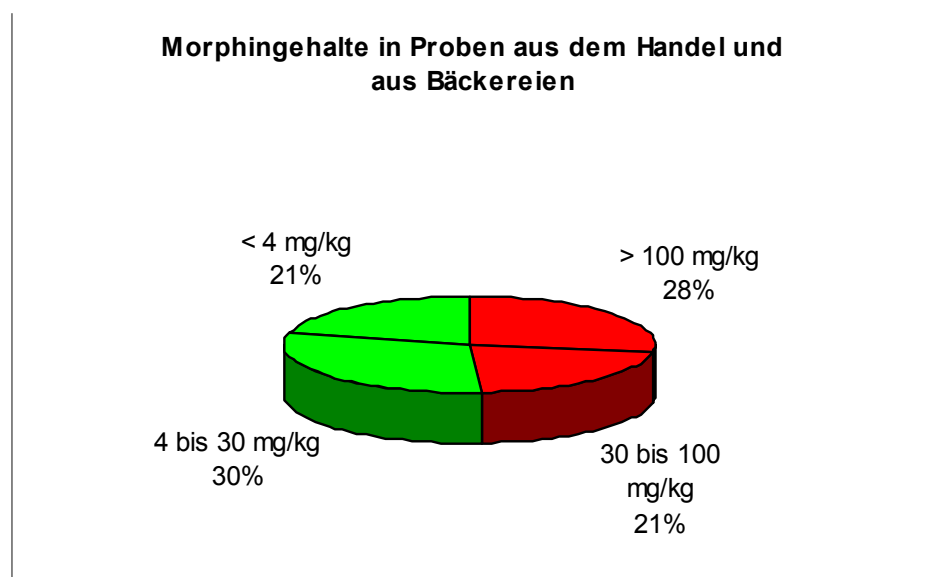
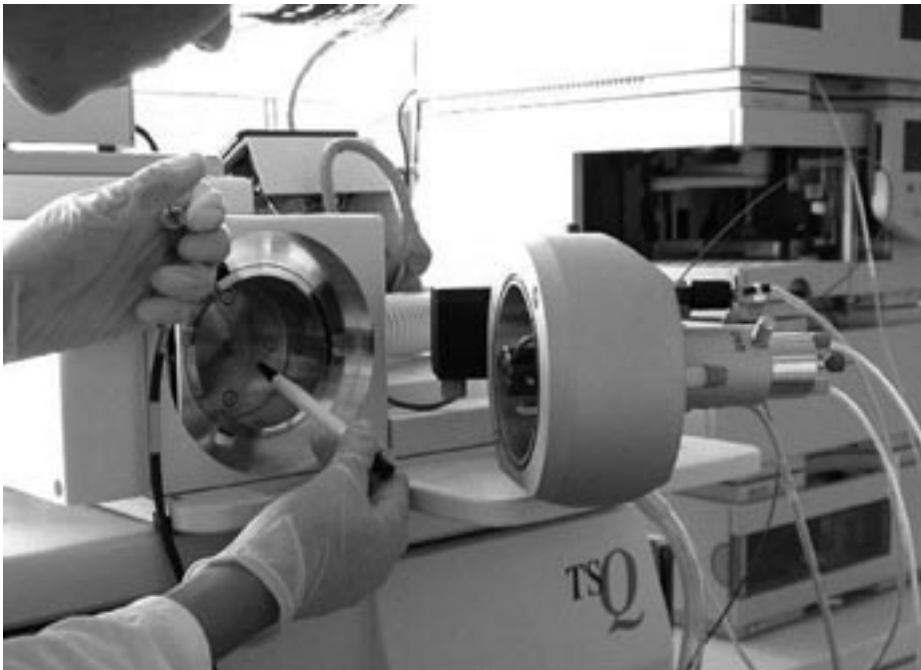


Abbildung: Morphingehalte in Handelsproben



Erstmals steht eine effiziente Methode zur Morphinbestimmung zur Verfügung

Abbildung: LC/MS-ESI-Quelle

in Mohn nicht von Vorteil. Da Matrixstörungen die unspezifische UV-Detektion und damit die Quantifizierung beeinträchtigen, ist ein Clean-up über z.B. einen Ionenaustauscher erforderlich. Dies macht die Analyse von Opiaten in Mohn sehr arbeitsintensiv. Am CVUA Karlsruhe wurde deshalb eine schnelle einfache LC-MS-Methode entwickelt, die in kurzer Zeit einen hohen Probendurchsatz ermöglicht. Mohn oder mohnhaltige Lebensmittel werden hierzu mit essigsau-rem Methanol extrahiert und können nach Zusatz von Morphin-D3 als internem Standard direkt gemessen werden. Aufgrund der Basenaktivität von Morphin

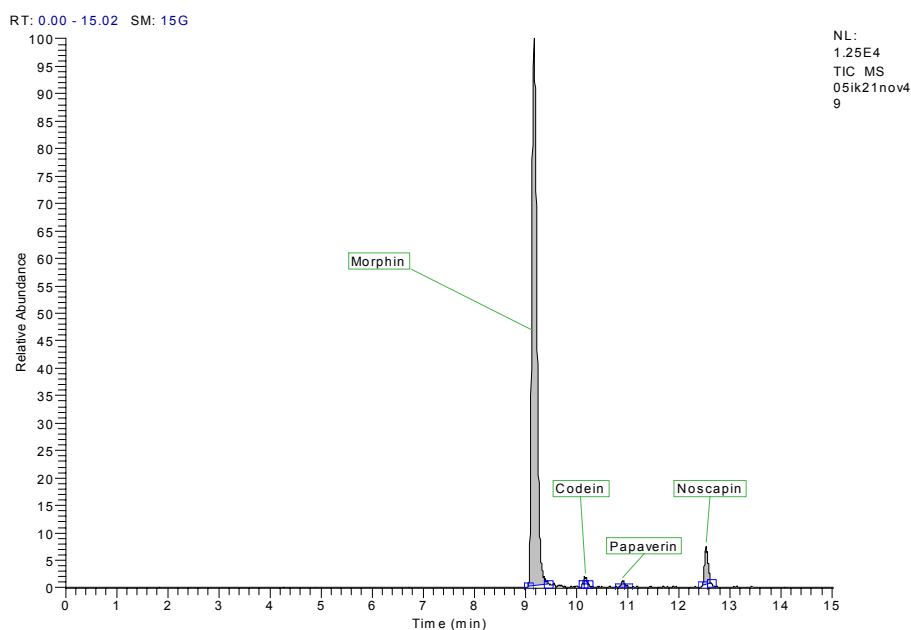


Abbildung: Chromatogramm einer realen Mohnprobe

wird zur chromatographischen Trennung ein alkalischer Eluent bei pH 9 und eine alkalistabile Trennsäule (Gemini, Phenomenex) verwendet. Für einen Analysenlauf werden 15 min benötigt.

Optimale Probeneinwaage, Extraktionsvolumina und Extraktionszeiten der Methode wurden mittels statistischer Versuchsplanung und Auswertung ermittelt. Die statistische Versuchsplanung hatte sich bisher vor allem im Bereich der Lebensmittelverfahrenstechnik zur Prozessoptimierung bewährt und hat sich hier bei der Methodenentwicklung als sehr hilfreich erwiesen.

Literatur: Sproll C, Perz RC, Lachenmeier DW (2006) Optimized LC/MS/MS Analysis of Morphin and Codein in Poppy Seed and Evaluation of their Fate during Food Processing as a basis for risk analysis . J. Agric. Food Chem (im Druck)

6.6 FTIR-Spektroskopie in der Weinanalytik

Die Anwendung der Fourier-Transform Infrarotspektroskopie ermöglicht als Multi- und Screening-Methode zeitgleich die Bestimmung von mehreren Parametern in der Wein- und Mostanalytik. So lassen sich die Parameter Dichte, Alkohol, Extrakt, pH-Wert, Gesamtsäure und Reduzierende Zucker mit der gleichen Präzision bestimmen wie die Referenzanalytik.

FTIR als schnelle Multimethode etabliert

Herkömmliche Methoden der Analytik sind in der Regel zeitaufwändig und als Einzelbestimmung des jeweiligen Parameters ausgelegt. Die offiziellen Referenzmethoden für die amtliche Weinanalytik sind in der VO (EWG) Nr. 2676/90 festgeschrieben. Wein ist ein Vielkomponentengemisch aus einer wässrig-alkoholischen Lösung von Zuckern (je nach Restzuckergehalt), Säuren (Wein-Äpfel-, Milch-, Citronensäure u.a.), Mineralstoffen, Gärungsnebenprodukten (Glycerin, Butandiol, höhere Alkohole und Ester), Phenolen, Anthocyanen, Aromastoffen und vielen anderen Substanzen. Die Konzentrationen bewegen sich bei den Hauptinhaltsstoffen vom g/L-Bereich bis zum ng/L-Bereich bei den Aromastoffen. Viele dieser Inhaltsstoffe werden in Summenparametern zusammengefasst, wie Gesamtextrakt, zuckerfreier Extrakt, Gesamtsäure etc.

Von dieser Vielzahl an Einzelkomponenten in der komplexen Matrix Wein lassen sich natürlich nicht sämtliche Parameter mittels FTIR bestimmen, die Bestimmungsgrenze liegt realistischweise bei ca. 0,2 g/L, bei manchen Komponenten teilweise auch niedriger.

Die Proben werden ohne jegliche Probenvorbereitung gemessen, sie müssen nur einigermaßen klar und CO₂-frei sein (störende C-O-Bande). Zum Einsatz kommt das Gerät FT 120 (WineScan, GrapeScan) der Fa. FOSS. Die Spektraldaten werden mit einer 36 µm Transmissionszelle im Wellenzahlbereich 930–5000 cm⁻¹ gegen Wasser aufgenommen. Es besteht ein definierter Zusammenhang zwischen der Konzentration eines Analyten und der Absorption bzw. Extinktion einer ausgewählten Wellenlänge. Welche Wellenlänge für einen bestimmten Parameter optimal ist, muss das System anhand der Kalibrierproben lernen. Dabei wird der bestmögliche Zusammenhang zwischen den Absorptionswerten und den Referenzwerten mittels Rechenverfahren (PLS)

hergestellt. Aufbauend auf dieser Basiskalibrierung lassen sich nun unbekannte Proben mittels FTIR-Analyse messen. Die Werte lassen sich dabei durch weitere Kalibrierungsmassnahmen (Slope-Intercept-Korrektur, PLS) noch verbessern und optimal an die Probenmatrix anpassen.

Die mittels Referenzanalyse (VO EWG NR. 2676/90) ermittelten Werte der Parameter Dichte, Alkohol, Extrakt, pH-Wert, Gesamtsäure und Reduzierende Zucker zeigen im Vergleich mit der FTIR-Analyse nach Slope-Intercept-Korrektur gute Übereinstimmung – siehe Tabelle.

Parameter	slope	intercept	Korrelation	Standard-abweichung	Probensatz
Dichte	1,0000	0,0000	0,9997	0,0002	779
Alkohol	0,9991	0,1351	0,9939	1,0833	203
Extrakt	1,0009	-0,0374	0,9996	0,5961	376
pH-Wert	1,0028	-0,0021	0,7981	0,0963	756
Gesamtsäure	0,9923	0,0376	0,9631	0,1641	736
Reduz. Zucker	0,9979	0,0149	0,9987	0,6761	724

Tabelle: Im Vergleich mit der FTIR-Analyse nach Slope-Intercept-Korrektur mittels Referenzanalyse (VO EWG NR. 2676/90) ermittelte Werte

Keine vergleichbare Präzision mit der Referenzanalytik zeigen die Zucker (Glucose, Fructose, Saccharose) und insbesondere die organischen Säuren Wein-, Äpfel-, Milch- und Citronensäure. Hier sind der Methode auch aufgrund der oft niedrigen Konzentrationen Grenzen gesetzt.

Von entscheidender Wichtigkeit für die FTIR-Analyse ist die Gründlichkeit und Robustheit der Kalibrierung. Ringversuche zeigen oft nicht den Erwartungen entsprechende Ergebnisse (Z-Score > 3) bei nicht hinreichend robusten Kalibrierungen. Aufgrund mehrerer hundert Kalibrierproben sind die im CVUA Karlsruhe eingesetzten Kalibrierungen ausreichend robust für die in der Tabelle genannten Parameter.

Außerdem lassen sich mit der FTIR auch Traubenmoste untersuchen. Hierzu wird eine jährlich aktualisierte Kalibrierung federführender Weinbauinstitute eingesetzt (sog. Deutsche Mostkalibrierung). Bestimmbar sind folgende Parameter: Mostgewicht (°Oechsle), Gesamtsäure, Verhältnis Wein-/Äpfelsäure, pH-Wert, Flüchtige Säure, N-OPA (Stickstoffwert) sowie Mostglycerin und Gluconsäure. Aufgrund der jährlich schwankenden Zusammensetzungen und Qualitäten der Moste ist hier die Kalibrierung noch nicht so robust, dass sie sämtliche jahrgangsspezifischen Besonderheiten umfasst.

Die FTIR-Methode ist eine schnelle Methode zur Bestimmung von Wein- und Mostinhaltsstoffen und Parametern. Innerhalb von zwei Minuten erhält man ein komplettes Messergebnis mit bis zu 15 Parametern. Außerdem lassen sich durch weitere Kalibrierungen neue Parameter und Produkte erschließen.

FTIR-Analytik setzt neue Maßstäbe in der Weinanalytik