



Gut erfrischt oder schal abserviert?

Effizientes Screening alkoholfreier Erfrischungsgetränke mittels quantitativer Kernspinresonanzspektrometrie (qNMR)

Jan Teipel | Michael Romoth | Wiebke Behrens | Svenja Ackermann | Dr. Thomas Kuballa | Dr. Dirk W. Lachenmeier

Für einen effizienten Verbraucherschutz hat das CVUA Karlsruhe ein ressourcenschonendes Screening-Verfahren auf Basis der quantitativen Nuclear-Magnetic-Resonance-Spektrometrie (qNMR) etabliert, welches in einem Analysengang elf verschiedene wertgebende Bestandteile von Erfrischungsgetränken bestimmen kann. Aufbauend auf dieser Methode wurde vom CVUA-OWL das Spektrum auf zurzeit 31 Analyten erweitert und für verschiedene Getränkearten validiert.

Alkoholfreie Erfrischungsgetränke werden im hohen Maße von Verbrauchern, insbesondere auch von Kindern und Jugendlichen, konsumiert. Dabei werden diese auch häufig als Grundlage für Mischgetränke oder als Energydrinks mit vergleichsweise hohen Verkaufspreisen angeboten. Dies macht den Markt für Produktfälschungen attraktiv. Um den Konsumenten vor manipulierten Getränken zu schützen, sind neben einer Echtheitsüberprüfung auch die Kontrolle der Einhaltung bestimmter Höchstmengen (Koffein, Taurin, Konservierungs- und Süßstoffe) sowie die Überprüfung der Deklaration erforderlich.

Die Produktpalette der alkoholfreien Erfrischungsgetränke ist breit [1, 2], es gibt „Klassiker“ wie Fruchtsaftgetränke, Apfelschorle, Limonaden, Cola oder Tonic Water. Darüber hinaus ist der Markt auch durch ständige Neuerungen geprägt, in den letzten Jahren insbesondere durch eine Welle von Energydrinks, isotonischen Sportlergetränken, Smoothies sowie Getränke mit exotischen Früchten. Aufgrund dieser Produktinnovationen müssen die Untersuchungsmethoden effizient anpassbar sein. Für einzelne typische Inhaltsstoffe von Erfrischungsgetränken (z. B. Koffein, Taurin, Nicotinsäure, siehe auch Abb. 2) existieren, zum Schutz der Gesundheit, Höchstmengenregelungen oder Empfehlungen zur täglichen Verzehrmenge [2, 3]. Unsere Ziele sind:

- Die Etablierung eines validierten Verfahrens zur parallelen Quantifizierung von Inhaltsstoffen bei alkoholfreien Erfrischungsgetränken.
- Eine automatische Auswertung der NMR-Spektren durch einen robusten Algorithmus unter Verwendung von MatLab.
- Die Einführung des Verfahrens in mehreren Untersuchungsämtern und die gemeinsame Weiterentwicklung.

Konventionelle Analytik

Für die Untersuchung der Inhaltsstoffe von Erfrischungsgetränken findet fast die gesamte Bandbreite der klassischen instrumentellen Analysemethoden Verwendung: etablierte Prüfverfahren nutzen z. B. Enzymatik mit UV/VIS-Photometrie, Chromatographie (HPLC, GC), Infrarotspektroskopie (Raman und FTIR) oder Kopplungen mit Massenspektrometrie.

Aufgrund der Vielfalt der Inhaltsstoffe ist es bisher erforderlich, mehrere Analysetechniken zu kombinieren, dies bedeutet für die Untersuchung einen erheblichen Personal-, Geräte-, Verbrauchsmaterial- und nicht zuletzt Zeitaufwand.

Quantitative ¹H-NMR für das Hochdurchsatz-Screening

Schon 1963 zeigten Jungnickel und Forbes sowie Hollis die Möglichkeit der Quantifizierung mittels NMR [4, 5]. Seit über einem Jahrzehnt funktionieren NMR-Spektrometer so genau und stabil, dass die Kernspinresonanzspektrometrie in der quantitativen Routineanalytik zunehmend Verwendung findet [6].

Die NMR-Spektrometrie bietet die Vorteile eines relativen Primärverfahrens [7]: Die Integrale der Resonanzsignale sind direkt proportional zur Anzahl der Kerne, die diese Resonanzen erzeugen. Unabhängig von ihrer chemischen Verschiebung sind alle Protonen gleich empfindlich, damit entfällt eine shift- oder substanzspezifische Kalibrierung. Auch unbekannte, neue Analyten werden zuverlässig detektiert, falls sie Wasserstoffkerne enthalten. Am CVUA Karlsruhe wurde im Jahr 2015 das qNMR-Screening für elf verschiedene Inhaltsstoffe in Erfrischungsgetränken etabliert [8].



Abb. 1: B.Sc. Chem.-Ing. Michael Romoth beim Beschriften des Spektrometers mit Proben

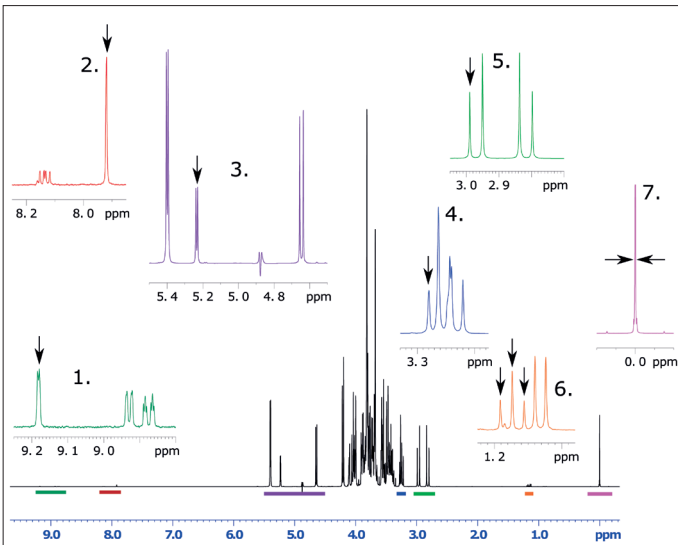


Abb. 2: 1H-1D-Spektrum eines Energydrinks, die Ausschnittvergrößerungen zeigen: 1. Nicotinamid (9,19 ppm), 2. Koffein (Singlett bei 7,92 ppm), 3. anomere Protonen von α - und β -D-Glucose (Dubletts bei 4,65 und 5,23 ppm) bzw. Saccharose und Malto(trio)se (Dublett bei 5,40 ppm), hier auch das kleine Restsignal der Wasserunterdrückung (bei 4,88 ppm), 4. Taurin (Triplet bei 3,25 bis 3,28 ppm), teilüberlagert mit Glucose, vgl. Abb. 4, 5. Citronensäure (2,99 ppm), 6. Ethanol (Triplet bei 1,16 bis 1,9 ppm) und Propandiol (Dublett bei 1,2 und 1,4 ppm), 7. Trimethylsilylpropionat (Singlett bei 0,00 ppm). Die schwarzen Pfeile zeigen, welche Signalteile für die Auswertung genutzt wurden.

Experimentelle Durchführung

Die Probenvorbereitung ist einfach:

- Das für 10 min im Ultraschallbad entgaste Erfrischungsgetränk wird durch einen Mikrofilter (H-PTFE, Por. 0,2 μ m) gepresst, um eine partikel-freie Lösung zu erhalten. Bei trüben Getränken (Fruchtfleisch) wird eine Ultrazentrifugation (> 14 000 r/zg) vorgeschaltet, in Einzelfällen kann eine CARREZ-Klärung erforderlich sein, um kolloidale Trübungen zu entfernen.
- Zu 600 μ L der klaren Probe werden 100 μ L Phosphatpuffer (aus 7,5 g Natriumdihydrogenphosphat und 1 g Phosphorsäure, 85 % in 10 mL deionisiertem Wasser) gegeben, um den pH-Wert auf ca. 2,9 einzustellen.
- Dazu kommen 70 μ L einer Lösung von Natrium-3-(trimethylsilyl)propionat-2,2,3,3-d₄ (TSP) in D₂O als Nullpunktmarker.
- Von dieser Mischung werden 600 μ L in ein 5 mm-NMR-Röhrchen guter Volumenkonsistenz (z. B. DEU Quant von Deutero) abgefüllt, verschlossen und zum Spektrometer gegeben.

Die NMR Spektren werden mit einem Bruker Avance III 400 MHz Ultrashield NMR Spektrometer unter Nutzung eines 5 mm PABBI 1H/D-BB Z-Grd Breitband-Invers Probenkopfs mit automatischem Tuning / Matching und Shim aufgezeichnet. Als Probenwechsler dient ein Bruker SampleExpress mit 60 Stellplätzen.

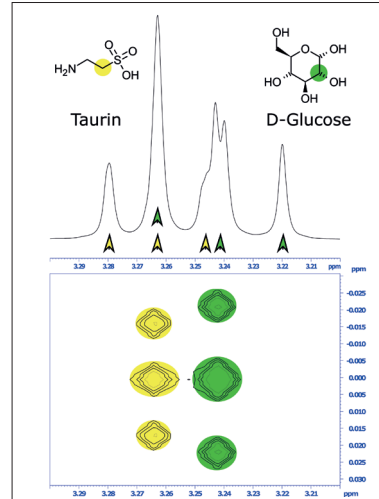


Abb. 3: Ausschnitte zweier NMR-Spektren derselben Probe, Gegenüberstellung 1D (o.) und 2D-JRES (u.) Die überlagerten Peaks von Taurin und Glucose werden im 2D JRES gut aufgelöst.

Messexperimente:

- 1D-Spektrum mit Lösungsmittelunterdrückung (Presaturation = Vorsättigung) *noesygprr1d*, Messparameter: Zeitdomäne (TD) 65536, zur Äquilibrierung der Probe 4 Dummy Scans, Summation von 32 Scans, spektrale Breite 20,554 ppm, Aufzeichnung des FID über 3,98 s bei einer Empfindlichkeit (Receiver Gain) von 16.
- 2D 1H-1H J-resolved Spektrum mit Lösungsmittelunterdrückung (Presaturation) *jresgpprrqf*, Messparameter: Zeitdomäne (TD) 8192, zur Äquilibrierung der Probe 16 Dummy Scans, Summation von 8 Scans, spektrale Breiten 16,7 ppm (6684 Hz) in F2 (Skala der chem. Verschiebung) und 0,19 ppm (78 Hz) in F1 (Skala der Kopplungen), Empfindlichkeit (Receiver Gain) von 16.
- Die Messtemperatur für alle Spektren ist 300 K (\pm 0,2 K), Phasen- und Basislinien werden mit der Software TopSpin 3.2 automatisch korrigiert.
- Eine „Quantitation Reference“-Probe (wässrige Lösung von 4 g/L Taurin, 5 g/L Citronensäure und 1,2 g/L Natriumlactat) wird mit jeder Probenbatch gemessen (s. Abb. 2, Nr. 4 u. 5). Die Signale dieser Standardsubstanzen bekannter Konzentrationen liefern einen Kalibrierwert, den „ERETIC-Faktor“ (EF: Electronic Reference To In-Vivo Concentrations [9]).

Auswertung der Daten mit MatLab (Version 2016a, The Math Works, Natick, MA, USA):

- Die von TopSpin gespeicherten numerischen Rohdaten werden durch ein MatLab-Skript automatisch importiert.
- Mit dem FWHM-Wert des TSP-Signals (*Full Width at Half Maximum*) wird die „Signalschärfe“ jedes Spektrums überprüft: Liegt der Wert über 1,2 Hz, so wird das Spektrum individuell kontrolliert, falls alle Peaks verbreitert sind, ist die Probe neu zu messen (s. Abb. 2, Nr. 7).
- Der aktuelle EF wird aus den Peakflächen der QuantRef-Probe berechnet und für die folgenden Konzentrationsberechnungen verwendet.

$$EF = \frac{I_{Std} \cdot SW \cdot M_{Std}}{SI \cdot \beta_{Std} \cdot N_{Std}^H \cdot DF} \left[EF \text{ in } \frac{\text{ppm} \cdot L}{\text{mol}} \right]$$

hierin sind:

EF = der zu bestimmende ERETIC-Faktor

I_{Std} = absolute Peakfläche (Std = Standardsubstanz)

SW = spektrale Breite

M_{Std} = molare Masse

SI = Größe des realen Spektrums nach Fouriertransformation

β_{Std} = Massenkonzentration

N_{Std}^H = Anzahl der Protonen, die das Signal erzeugen

DF = Verdünnungsfaktor aus der Zugabe von Puffer und TSP-D₂O-Lösung

- Die Flächen frei stehender Peaks werden mit einfacher numerischer Integration bestimmt.

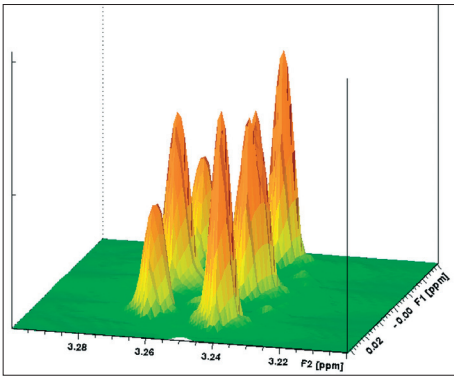


Abb. 4: „3D“-Ansicht des 2D-JRES-NMR-Spektrums, das linke Tripletts stammt vom Taurin, das rechte Tripletts von der Glucose.

- Bei teil-überlagerten Signalen wird der relevante Peak mit einer gefitteten Gauß-Lorentz-Kurve approximiert (Abb. 5, rote Linie).
- Saccharose wird aus dem 2D-JRES Spektrum quantifiziert.
- Die gesuchten Analytkonzentrationen werden mit der PULCON-Formel (Pulse Length based Concentration determination) [10] aus den Peakflächen berechnet.

$$\beta_X = \frac{I_X \cdot SW \cdot M_X \cdot NS_{Std} \cdot P1_X}{SI \cdot EF \cdot N_X^H \cdot DF \cdot NS_X \cdot P1_{Std}}$$

hierin sind:

β_X = die gesuchte Massenkonzentration (X = betrachteter Analyt)

I_X = absolute Peakfläche

SW = spektrale Breite

M_X = molare Masse

SI = Größe des realen Spektrums nach Fouriertransformation

EF = ERETIC-Faktor

N_X^H = Anzahl der Protonen, die das Signal erzeugen

DF = Verdünnungsfaktor aus der Zugabe von Puffer und TSP-D₂O-Lösung

NS = die Anzahl summierter Scans (X für die Analytprobe, Std für die QuantRef-Probe)

P1 = die Anregungspulsdauer (X für die Analytprobe, Std für die QuantRef-Probe)

- Das MatLab-Skript speichert die Ergebnisse als Excel- und Textdateien ab, so dass sie direkt in ein LIMS (Labor-Informations- und Management-System) importiert werden können.

Validierung

Zur Kontrolle, ob Matrixeffekte bestehen, wurde die Methode mit verschiedenen echten Getränkearten validiert. Herangezogen wurden klarer Apfelsaft, Getränkesirup, Energydrinks sowie weitere koffeinhaltige und zuckerfreie Erfrischungsgetränke. Außer einer Verbreiterung des TSP-Signals bei zitrusshaltigen Getränken waren keine Matrixeffekte zu beobachten.

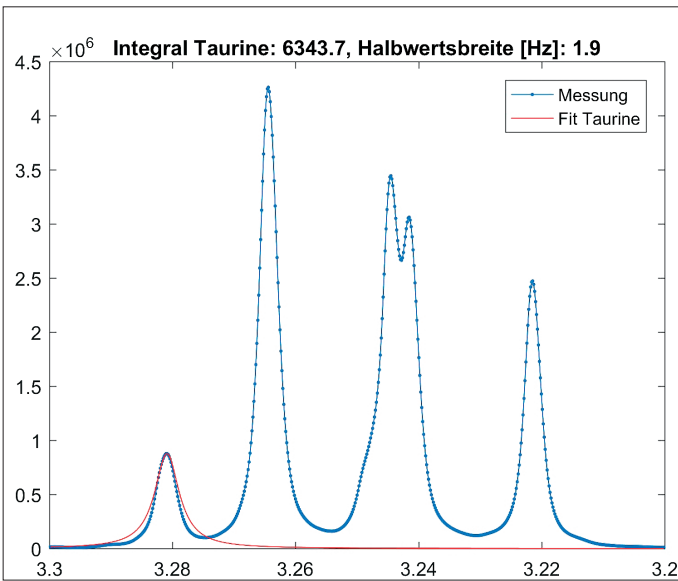


Abb. 5: Auswertung des Taurinsignals mit MatLab, wegen der Überlagerung wird nur der linke Teil des Triplets mit einer GAUß-LORENTZ-Kurve gefittet.

Tabelle 1. Analytische Kenndaten der qNMR-Methode (Konzentrationen in mg/L)

Analyt	Arbeitsbereich						Geringe Konz.			Genauigkeit Mittlere Konz.			Hohe Konz.			Analytische Grenzen		Messunsicherheit U
	Bereich	R ²	RSDs0	Mandel 95%	Mandel 99%	RSDr	RSDL	BIAS	RSDr	RSDL	BIAS	RSDr	RSDL	BIAS	NG	BG		
Acesulfam-K	30 bis 250	99,96%	1,00%	linear	linear	2,0%	0,0%	8,9%	1,4%	1,7%	1,1%	0,8%	1,0%	-0,9%	5	10	10,6%	
Acetaldehyd	60 bis 500	99,90%	1,53%	linear	linear	5,3%	0,0%	4,3%	1,8%	2,9%	-1,0%	0,2%	6,2%	9,5%	20	40	14,4%	
Alanin	60 bis 500	99,99%	0,28%	linear	linear	0,6%	0,3%	-0,7%	0,2%	1,4%	-2,7%	0,4%	1,0%	-2,7%	5	10	4,9%	
Armeisensäure	30 bis 250	99,97%	1,04%	linear	linear	0,4%	0,3%	8,6%	0,5%	0,0%	-6,1%	0,8%	0,0%	-6,8%	3	4	14,5%	
Aminobuttersäure	60 bis 500	99,99%	0,75%	linear	linear	1,6%	0,0%	-2,7%	1,3%	0,0%	-5,3%	0,4%	1,0%	-6,0%	5	8	9,8%	
Arbutin	24 bis 200	99,99%	1,25%	linear	linear	6,2%	0,0%	10,2%	1,3%	1,2%	4,6%	1,6%	0,0%	2,1%	10	24	13,2%	
Ascorbinsäure	240 bis 2000	99,48%	4,56%	quadratisch	quadratisch	3,5%	0,0%	9,4%	3,1%	0,0%	-10,9%	3,3%	1,9%	-18,1%	70	100	26,8%	
Benzoessäure	60 bis 500	99,99%	0,84%	quadratisch	quadratisch	1,2%	1,8%	-2,1%	1,0%	1,9%	-6,4%	1,6%	3,9%	-8,4%	5	10	13,5%	
Chinin	60 bis 500	99,98%	0,82%	linear	linear	5,5%	2,6%	5,9%	1,5%	2,4%	-4,0%	2,1%	0,0%	-9,0%	20	30	13,9%	
Citronensäure	1200 bis 10000	99,89%	2,10%	linear	linear	1,0%	0,0%	-2,4%	0,6%	0,8%	-2,1%	0,6%	0,0%	-1,9%	5	15	4,4%	
Coffein LF	60 bis 500	99,98%	0,97%	linear	linear	3,7%	0,0%	9,1%	0,9%	1,6%	8,3%	1,5%	0,0%	5,8%	5	10	15,8%	
Cyclamat	30 bis 250	99,99%	0,55%	linear	linear	4,9%	0,0%	9,3%	0,2%	1,1%	-3,0%	0,2%	1,2%	-4,5%	5	10	12,6%	
Essigsäure	30 bis 250	99,99%	1,30%	linear	linear	1,9%	3,0%	0,4%	0,5%	3,0%	0,8%	1,1%	2,4%	2,4%	5	10	6,4%	
Ethanol	30 bis 1375	99,99%	1,59%	linear	linear	0,9%	3,5%	-2,0%	1,2%	0,0%	2,9%	0,7%	0,4%	-7,1%	10	25	10,0%	
Fructose	3000 bis 25000	99,99%	0,02%	linear	linear	0,7%	1,0%	-3,9%	0,4%	0,3%	-3,6%	0,7%	0,0%	-4,2%	75	250	7,9%	
Fumarsäure	15 bis 125	99,97%	1,07%	linear	linear	2,7%	0,0%	9,0%	0,7%	1,1%	-0,9%	1,3%	0,0%	-1,3%	3	5	10,6%	
Glucoronolaktone	60 bis 500	99,99%	0,70%	linear	linear	4,2%	0,0%	1,5%	0,6%	2,4%	-6,7%	1,2%	0,0%	7,9%	5	15	12,4%	
Glucose	2400 bis 17000	99,99%	0,15%	linear	linear	0,2%	0,3%	-1,4%	0,5%	0,0%	-2,6%	0,7%	0,0%	-3,4%	15	50	5,2%	
HMF	30 bis 250	99,99%	0,59%	linear	linear	3,0%	2,2%	-3,4%	1,3%	2,1%	-1,1%	2,7%	1,9%	6,0%	5	10	9,1%	
Methanol	30 bis 250	99,99%	0,36%	linear	linear	0,6%	1,1%	0,4%	0,4%	0,8%	-0,7%	0,2%	0,7%	-0,5%	5	8	2,1%	
Milchsäure	60 bis 500	99,99%	0,39%	linear	linear	1,4%	0,0%	-5,7%	0,6%	0,9%	-7,5%	0,7%	0,5%	-8,0%	5	8	14,3%	
Nicotinamid	30 bis 500	99,99%	0,75%	linear	linear	3,1%	2,5%	7,4%	0,3%	1,5%	-0,5%	1,3%	0,0%	0,0%	5	10	9,2%	
Nicotinsäure	35 bis 250	99,99%	1,12%	linear	linear	1,6%	0,0%	-1,3%	0,6%	1,0%	4,1%	1,1%	0,0%	3,8%	5	8	6,7%	
Saccharin-H	24 bis 200	99,98%	1,26%	linear	linear	1,2%	2,8%	9,8%	0,9%	0,0%	4,8%	0,3%	0,0%	5,0%	6	12	14,3%	
Shikimisäure	35 bis 250	99,99%	1,40%	linear	linear	2,1%	2,5%	6,0%	0,4%	0,4%	4,6%	0,7%	0,0%	3,2%	5	10	9,9%	
Sorbinsäure	65 bis 500	99,99%	0,73%	linear	linear	2,0%	0,0%	2,2%	0,8%	1,6%	-4,3%	0,5%	1,8%	-6,5%	15	30	9,8%	
Sucrose	2400 bis 20000	99,97%	1,18%	linear	linear	3,0%	0,4%	-1,1%	3,1%	0,0%	-1,6%	1,5%	0,0%	-5,3%	80	300	6,5%	
Taurin	120 bis 1000	99,97%	1,06%	quadratisch	linear	1,4%	0,4%	6,4%	0,7%	0,1%	6,4%	0,8%	0,0%	8,1%	10	15	14,0%	
Valin	60 bis 500	99,99%	0,78%	linear	linear	1,2%	0,0%	-4,2%	0,1%	1,8%	-5,0%	0,4%	1,9%	-5,2%	5	10	10,0%	
Vanillin	12 bis 100	99,96%	1,28%	linear	linear	1,4%	2,8%	-2,9%	0,6%	4,9%	-3,8%	2,2%	0,0%	-2,3%	6	12	8,9%	
Xylose	600 bis 10000	99,93%	1,81%	linear	linear	0,9%	1,2%	-3,3%	0,6%	0,3%	-3,7%	0,8%	0,0%	-3,8%	50	100	7,4%	

Abkürzungen: R² = Bestimmtheitsmaß, Mandel = Linearitätstest n. Mandel, RSDs0 = Verfahrensstandardabweichung; RSDr = Wiederholpräzision; RSDL = Laborpräzision; BIAS = Genauigkeit; NG = Nachweisgrenze; BG = Bestimmungsgrenze; U = Messunsicherheit (erw., 2σ)

Probe	Analyt	β (NMR) mg/L	β (HPLC) mg/L
Energydrink	Acesulfam-K	179	171
Orangenlimonade, kalorienarm	Acesulfam-K	30	27
Erfrischungsgetränk mit Vitaminzusätzen, kalorienarm	Saccharin	31	30
Orangenlimonade, kalorienarm	Saccharin	19	19
Erfrischungsgetränk mit Ingwer-Geschmack	Benzoessäure	126	116
Bittergetränk	Benzoessäure	134	129
Erfrischungsgetränk m. Kirschgeschmack	Sorbinsäure	205	190
Erfrischungsgetränk mit Passionsfrucht- und Apfelgeschmack	Sorbinsäure	177	183
Energydrink	Koffein	360	328
Energydrink	Koffein	291	301

Tabelle 2. Vergleich HPLC mit NMR (ausgew. Daten)

Analyt	β (soll) (mg/L)	β (HPLC) (mg/L)	β (NMR) (mg/L)
Acesulfam-K	231	211	233
Cyclamat	330	329	315
Benzoessäure	243	220	254
Sorbinsäure	199	194	209

Tabelle 3. Ergebnisse einer Probe aus einer Laborvergleichsuntersuchung

Für stichprobenartig ausgewählte Analyten wurde die Richtigkeit der Methode per Standardadditionen (+ 50 %, + 100 %, + 150 % der grob ermittelten Anfangsgehalte der jeweiligen Analyten) bestätigt.

Für die Arbeitsbereiche wurde berücksichtigt, welche Konzentration typisch für den jeweiligen Analyt in Erfrischungsgetränken ist oder welche Grenzwerte zu beachten sind. Mittels Mandel-F-Test wurde die Linearität anhand vierfach wiederholter Messungen von sechs Konzentrationen überprüft.

Daten zur Interday- und Laborpräzision lieferten Wiederholungen der Präparationen und Messungen durch unterschiedliches Personal über längere Zeiträume.

Ergebnisse

Das Screening von Erfrischungsgetränken mittels qNMR ermöglicht die ressourcenschonende Bestimmung einer Vielzahl von Inhaltsstoffen diverser Substanzklassen wie Kohlenhydrate, Süß- und Konservierungsstoffe, Koffein, Taurin, Aromastoffe, Vitamine, Alkohole, organische Säuren und sekundäre Pflanzenstoffe.

Die Messung eines typischen Erfrischungsgetränkes dauert knapp 30 min, je Tag können also bis zu 48 Proben gemessen werden.

- Zurzeit ist die Methode für 31 Analyten validiert (Tabelle 1).
- Die Detektion und Quantifizierung sind bis in den mg/L-Bereich zuverlässig.
- Der Verfahrensvariationskoeffizient liegt für alle validierten Analyten unter 3,3 %, er belegt als Gütemaß die hohe Qualität der qNMR-Analytik für Erfrischungsgetränke.
- Die erweiterte Gesamtunsicherheit ($U, 2\sigma$) liegt unter 10 %.
- Die quantitative NMR bietet einen sehr großen linearen Arbeitsbereich (über sechs Größenordnungen).

Bei einem CVUA-OWL-internen Methodenvergleich zwischen NMR und HPLC zeigte sich die gute bis sehr gute Übereinstimmung der Ergebnisse an realen Proben: Für Acesulfam-K, Saccharin, Benzoessäure, Sorbinsäure und Koffein liegen die Abweichungen (BIAS, bezogen auf NMR) zwischen den NMR-Ergebnissen und den Ergebnissen der β 64-HPLC-Methode alle deutlich unter 10 % (Tabelle 2).

Die nachträgliche Analyse einer Probe aus einer Laborvergleichsuntersuchung (Energydrink) mit der NMR-Methode am CVUA-OWL zeigte für alle ausgewerteten Parameter (Acesulfam-K, Cyclamat, Saccharin, Benzoessäure, Sorbinsäure und Koffein) Abweichungen von unter 5 % zu den Sollwerten (Tabelle 3).

Fazit, aktueller Stand und Ausblick

Das Screening von Erfrischungsgetränken mittels qNMR ist als einsatzfähig für die Routineuntersuchung zu bewerten. Es erlaubt eine effizientere Voraburteilung der amtlichen Proben und hat gutes Erweiterungspotential. Wie schon bei anderen Matrices [11, 12, 13] zeigt sich die qNMR für

die zuverlässige Quantifizierung verschiedenster Analyten für Routineuntersuchungen bis herab in den mg/L-Bereich als geeignet.

In den Chemischen und Veterinäruntersuchungsämtern Karlsruhe und Detmold wird die Methode bereits in der Routine eingesetzt, die Weiterentwicklung hat folgende Ziele:

- Programmierung einer selbstoptimierenden Auswerteroutine, die leichte Signalverschiebungen erkennt und berücksichtigt.
- Vorschaltung eines Algorithmus zum qualitativen Nachweis der Analyten anhand der 2D-JRES Daten.
- Entwicklung eines Algorithmus zur Dekonvolution von überlagerten Peaks zur zuverlässigen Quantifizierung von Analyten, die nur teilüberlagerte oder in enger Nachbarschaft stehende Signale zeigen, z. B. Inositol im „Zuckerwald“ zwischen 3,25 und 4,5 ppm.
- fortlaufende Validierung relevanter neuer Analyten.

[1] Leitsätze für Erfrischungsgetränke, Neufassung v. 27.11.2002 (BANZ. 2003 S. 5897, GMBL 2003 S. 383), geändert durch die Bekanntmachung vom 07. Januar 2015 (BANZ. AT vom 27.01.2015 B1, GMBL 2015 S. 113)

[2] Fruchtsaft- und Erfrischungsgetränkverordnung vom 24. Mai 2004 (BGBl. I S. 1016), die durch Artikel 12 der Verordnung vom 5. Juli 2017 (BGBl. I S. 2272) geändert worden ist

[3] „Die Einnahme von Nicotinsäure in überhöhter Dosierung kann die Gesundheit schädigen“, Stellungnahme Nr. 018/2012 des BfR vom 06. Februar 2012:

[4] J.L. JUNGNIKEL, J.W. FORBES; Anal. Chem. 1963; 35: 938 – 942

[5] D.P. HOLLIS; Anal. Chem. 1963; 35: 1682 – 1684.

[6] SK BHARTI, R. ROY; Trend. Anal. Chem. 2012; 35: 5 – 26

[7] F. MALZ, H. JANCKE; J. Pharm. Biomed. Anal. 2005; 38: 813 – 823

[8] S. M. ACKERMANN et al., Food Anal. Methods 2017; 10: 827 – 836

[9] Y. B. MONAKHOVA et al.; J. Pharm. Biomed. Anal. 2014; 100: 381 – 386

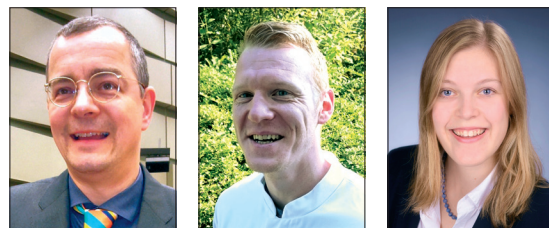
[10] G. WIDER, L. DREIER; J. Am. Chem. Soc. 2006; 128: 2571 – 2576

[11] C. SKIERA et al; LipidTech. 2012; 24: 279 – 281

[12] M. SPRAUL et al.; Magn. Res. Chem. 2009; 47: 130 – 137

[13] M. SPRAUL et al.; BIO Web of Conferences 5, 02022 (2015); DOI: 10.1051/bioconf/20150502022

Authors | Contact



Jan Teipel | Michael Romoth | Wiebke Behrens

CVUA Ostwestfalen-Lippe | Westerfeldstraße 1 | 32758 Detmold
www.cvua-owl.de



Dr. Thomas Kuballa | Svenja Ackermann | Dr. Dirk W. Lachenmeier

CVUA Karlsruhe | Weißenburger Straße 3 | 76187 Karlsruhe
www.cvua-karlsruhe.de