



QUELLE: CSB 103, SEPTEMBER 2009, CAMAG AG

Das Auge isst mit!

Farbstoffanalysen gehören zum Alltag in der Qualitätssicherung. Mit der Hochleistungs-Dünnschicht-Chromatografie (HPTLC) lässt sich der Aufwand automatisieren und minimieren.

Experten haben schon lange erkannt, dass Farben auch für unsere Ernährung eine wichtige Rolle spielen. Je

intensiver die Farben von Fruchtjoghurts, Gummibärchen, Suppen oder Saucen sind, umso mehr Qualität und Ge-

schmack gestehen Konsumenten den Lebensmitteln zu. Daher sind Farbstoffe wesentliche Bestandteile in unseren Lebensmitteln. Doch nicht alle Farben sind ungefährlich und zugelassen. Die Diskussion um unerlaubt zugesetzte Substanzen wie beispielsweise den Azofarbstoffen reisst nicht ab und zeigt, wie wichtig analytische Kontrollen sind.

Für den Nachweis stehen verschiedene Analysemethoden zur Verfügung, so zum Beispiel die seit 35 Jahren bekannte, aber bisher kaum beachtete Hochleistungs-Dünnschicht-Chromatografie (HPTLC). Im Gegensatz zur Dünnschicht-Chromatografie (DC) können, laut Dr. Gertrud Morlock, Assistenzprofessorin am Institut für Lebensmittelchemie an der Universität Hohenheim in Stuttgart, Deutschland, nicht nur qualitative, sondern auch quantitative Analysen mit der HPTLC durchgeführt werden. Die automatisierten Vorgänge erleichtern und verkürzen die Untersuchungen erheblich und reduzieren auch den Analyseaufwand zur Absicherung über die Massenspektrometrie durch

Dünnschicht-Chromatografie (DC) ist ein chromatografisches Trennverfahren. Mit dieser Methoden können beispielsweise die Reinheit einer Substanz nachgewiesen oder deren Identität mit einer Referenzsubstanz überprüft werden.

Vorteil: Die DC ist ein schnelles, vielseitiges und preiswertes Analyseverfahren, das mit keinem apparativen Aufwand verbunden ist.

Nachteil: Quantitative Analysen sind mit der DC nur schwer durchzuführen. Reproduzierbarkeit und Peakschärfe sind in der Regel unbefriedigend.

Hochleistungs-Dünnschicht-Chromatografie (HPTLC = High performance thin-layer chromatography) ist ein chromatografisches Trennverfahren, das weitgehend der Dünnschicht-Chromatografie entspricht, aber automatisiert und trennleistungsstärker ist. Dies führt zu einer günstigeren, zuverlässigen Routineanalytik.

Vorteile gegenüber der DC: Die HPTLC hat kürzere Analysezeiten (im unteren

Minutenbereich pro Probe) und verbraucht weniger Fließmittel (meist im 200 µL-Bereich pro Probe). Auch die Nachweisgrenze ist geringer, da die aufgetragene Substanz besser fokussiert ist und folglich durch die verbesserte Peakschärfe einfacher zu detektieren ist. Die HPTLC weist auch eine bessere Trennleistung auf, da die Partikelgröße und deren Verteilung deutlich kleiner sind. Die Personalkosten liegen bei voller Automatisierung der einzelnen Schritte im Sekundenbereich pro Probe.

Nachteile gegenüber der DC: Das Plattenmaterial ist teurer und die Anschaffungskosten sind vergleichbar der HPLC.

Hochleistungs-Flüssigkeits-Chromatografie (HPLC) ist ebenfalls ein chromatografisches Trennverfahren, wobei die stationäre Phase in einer Säule vorliegt. Die HPLC hat ein zur HPTLC vergleichbares Einsatzfeld, jedoch werden die Proben sukzessive analysiert.

Vorteil: Die HPLC ist trennleistungsstärker im Vergleich zur HPTLC.

Nachteil: Selektive Derivatisierungen sind mit Aufwand verbunden und werden vermieden. Dafür können universelle und/oder selektive Detektoren wie das MS oder der Lichtstreuendetektor eingesetzt werden. Dies ist jedoch mit einem höheren Kostenaufwand verbunden. Aufgrund der universellen Detektion sind für die Trennung oftmals eine höhere Trennkraft und ein höherer Aufwand an Probenvorbereitung im Vergleich zur HPTLC erforderlich.

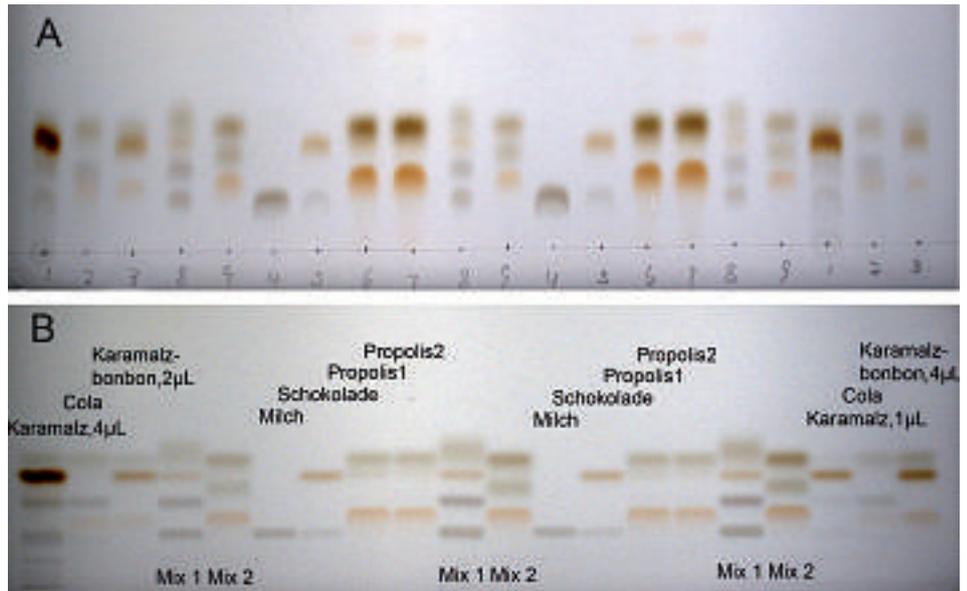
Massenspektrometrie (MS) ist ein Verfahren zum Nachweis und zur Quantifizierung von Substanzen.

Vorteile: Durch die Selektivität der Masse über Ladung (m/z)-Signale oder Ionenübergänge kann die Anwesenheit von Analyten sehr gut bestätigt und quantifiziert werden.

Nachteile: Anschaffungskosten sind hoch und liegen je nach Analysator und dessen Massenauflösung bei 50 000 Euro aufwärts.

Online-Elution relevanter Banden in ein Massenspektrometer (<1 Minute pro Bande).

Mit der HPTLC-Methode können leicht 20 Proben gleichzeitig analysiert werden. Dazu legen Analytiker eine planare stationäre Phase (meist auf einem Glasträger aufgebracht) in das Auftragegerät, das aus den Probengläschen (Vials) eine definierte Menge auf die Glasplatte aufträgt. Die stationäre Phase mit den 20 Startbanden wird im Anschluss in das Entwicklungsgerät gehängt. Das in der Entwicklungskammer enthaltene Lösungsmittelgemisch steigt an der stationären Phase hoch und trennt die Startbanden auf. In der Farbstoffanalyse lassen sich mit dieser Methode die einzelnen Farbstoffe leicht in 13 Minuten auftrennen und man erhält das Chromatogramm. Sofort nach der Entwicklung wird die Platte automatisch im Gerät sehr homogen getrocknet und kann vom Analytiker in den Scanner gelegt werden. Ein Lichtstrahl scannt die Banden und schreibt ein Densitogramm (optische Dichtedarstellung) beziehungsweise eine Analogkurve.



Analytik von Zuckern in Lebensmitteln mittels DC (A) versus HPTLC (B)

Da es sich bei diesem Verfahren um eine planare Chromatografie handelt, kann das Chromatogramm auch digital ausgewertet werden. Für die Auswertung werden mit ein paar Mausklicks Bahnen auf dem digitalen Bild definiert. Das Farbbild wird automatisch in das Graubild konvertiert, und das Programm ad-

tiert die Grauwerte in jeder Bahnzeile. Dadurch ist über das digitale Bild die Analogkurve erhältlich. Farbige Banden entsprechen höheren Grauwerten und stellen somit einen Peak dar. Die Trennschichten sind bei der HPTLC-Methode wesentlich homogener und die Geräte arbeiten präziser, sodass nicht nur ►

saqual

Food Safety & Regulatory Affairs

Kompetente Beratung, Strategie, Bearbeitung von Zulassungsprojekten

- *Zusatzstoffe*
- *Functional Foods*
- *Novel Foods*
- *Lebensmittelzutaten*
- *Nahrungsergänzung*
- *Health Claims*

saqual GmbH 5430 Wettingen www.saqual.com contact@saqual.com



Welcome to the world of insights

**Instrumentelle Analytik | Labortechnik
Biotechnologie | analytica Conference**

Nutzen Sie die analytica als Plattform für Geschäfte und Networking. Die internationale Leitmesse gibt Ihnen den Überblick über die Produkte und Lösungen am Markt. Entdecken Sie die Trends und Innovationen der Zukunft.

Mehr Informationen unter:
INTERMESS DÖRGELOH AG
8001 Zürich, Tel. (043) 244 89 10
intermess@doergeloh.ch

Online
registrieren +
Vorteile sichern:
[www.analytica.de/
tickets](http://www.analytica.de/tickets)



analytica2010

23.–26. MÄRZ | NEUE MESSE MÜNCHEN

www.analytica.de/besucher

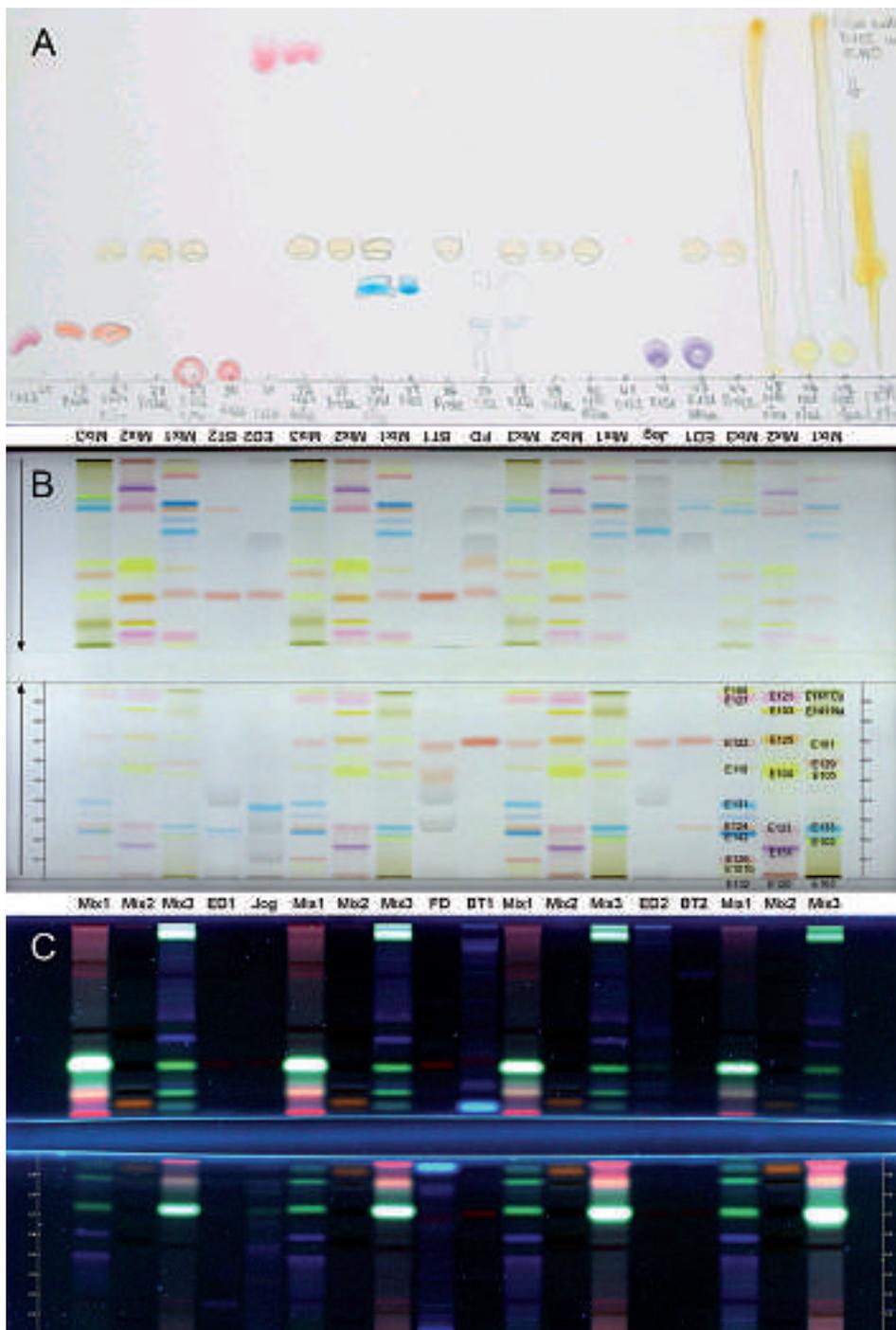
qualitative, sondern vor allem quantitative Aussagen getroffen werden können. Zur Absicherung müssen nicht mehr alle Proben massenspektrometrisch untersucht werden, sondern nur noch die nach der Auswertung als relevant identifizierten. «Durch die statinäre Speicherung der Trennung und das gezielte Ausnehmen von Massenspektren lassen sich nicht nur kostenintensive MS-Untersuchungen einsparen, son-

dern lässt sich auch der Zeitaufwand minimieren», so Gertrud Morlock. Die selektive Derivatisierung mit chemischen Reagenzien oder elektronischen Filtern zur digitalen Bildauswertung schafft eine post-chromatografische Auflösung, indem nur bestimmte Verbindungen detektierbar gemacht werden. Die Trennschichten werden oftmals nur einmal benutzt, jedoch können Analytiker sehr gut für viele Proben parallel

online Probenvorbereitung und Chromatografie auf der Trennschicht verbinden. Obwohl die Methode seit mehr als 30 Jahren bekannt ist, wird erst in letzter Zeit die HPTLC-Methode vermehrt gesehen, da die laufenden Kosten sehr niedrig sind. Für die benutzerfreundliche Steuerung der voll automatisierten Untersuchungsschritte ist nur eine Software notwendig, wie es zum Beispiel bei Analysegeräten von CAMAG der Fall ist. Die Software gibt die Abfolge der einzelnen Schritte vor und steuert die automatisierten Geräte beziehungsweise kontrolliert wichtige Parameter. Zu diesen zählen die Aktivität der stationären Phase oder die jeweilige Laufstrecke. Dies erlaubt reproduzierbare Chromatogramme und präzise analytische Aussagen.

Einsatzgebiete. In der Wareneingangskontrolle erleichtert das HPTLC-Verfahren die Qualitätskontrolle der Rohwaren. Mit dieser Methode können unerlaubt zugesetzte Farbstoffe zum Beispiel in Gewürzpulver wie Chili, Curry oder Paprika identifiziert und quantifiziert werden. Die Verfälschung wird schnell entdeckt und hilft, Lebensmittelskandale bereits im Vorfeld zu vermeiden. Zudem kann die Methode auch für die Produktentwicklung, -sicherheit und die Reinigungsvalidierung eingesetzt werden. So kann beispielsweise nach jedem Chargenwechsel der Reinheitsstatus der Anlagen schnell und einfach überprüft werden. Das automatisierte HPTLC-Verfahren spart nicht nur Zeit ein, sondern liefert auch zuverlässige und kostengünstige Ergebnisse. Mittelständische Unternehmen können die Vorteile der Hochleistungs-Dünnschicht-Chromatografie ebenso nutzen wie grosse Laboratorien. Anschaffungskosten ab 40 000 Euro erlauben volle Schrittautomatisierung der HPTLC, reproduzierbare Chromatogramme, benutzerfreundliches Arbeiten und eine kostengünstige, schnelle Routineanalytik.

Redaktion



Analytik von wasserlöslichen Lebensmittelfarbstoffen mittels DC (A) versus HPTLC (B); zusätzliche Absicherung mancher Farbstoffe unter UV 366 nm (C)

Weitere Informationen:
Universität Hohenheim,
Institut Lebensmittelchemie
www.ilc.uni-hohenheim.de



BRENNTAG beliefert weltweit die verarbeitende Industrie mit Industrie- und Spezialchemikalien seit über 130 Jahren und ist führend in der Chemie-Distribution in Europa. Brenntag Schweizerhall AG, das Schweizer Tochterunternehmen der Brenntag Holding GmbH, bietet Ihnen ein breites Spektrum von Lebensmittelzusatzstoffen und Verarbeitungshilfsstoffen, Standardprodukte wie auch Spezialitäten:

- Stärken und Stärkederivate (Agrana)
- Farbstoffe natürlich und synthetisch (Phytone, Fiorio)
- Gewürzextrakte (East Anglian)
- Mineralstoffquellen (PURAC und andere)
- Soja Protein Isolate und Konzentrate (ADM)
- Gelier- und Verdickungsmittel (diverse Hersteller)
- Süsstoffe und Zuckeraustauschstoffe (diverse Hersteller)
- Mineralstoff- und Zusatzstoff-Mischungen nach Wunsch

NEU: Süsstoffe Neotam und Twinsweet (Nutrasweet), Stevia Extrakt (Pyure)

NEU: Konzepte zur Natriumreduktion (PURAC)

Kontaktperson im Verkauf:
Frau Helen Lukac
Brenntag Schweizerhall AG
Elsässerstrasse 231
CH-4013 Basel
Telefon: 061/326 8302
e-mail: helen.lukac@brenntag.ch



Qualität für jeden Geschmack

IE setzt neue Massstäbe in der Lebensmittelbranche. Durch die Planung und Realisierung von funktionalen Gebäuden, die Ihre spezifischen Produktions- und Logistikprozesse optimal widerspiegeln. Und durch nachhaltige Lösungen, die Ihre hohen Hygieneanforderungen langfristig erfüllen. Eben durch exzellente Industriebauten – engineered by IE.

www.ie-group.com

IE Food Engineering München
T +49 89 82 99 39 0
muenchen@ie-group.com

IE Food Engineering Zürich
T +41 44 389 86 00
zuerich@ie-group.com

planen - gestalten - realisieren

TLC-MS Interface

Einfache und schnelle Extraktion von der Platte direkt in Ihr MS



Nicht jede Probe kann mit HPLC-MS analysiert werden. Von DC/HPTLC-Platten können Substanzen nun mit dem CAMAG TLC-MS in das MS zur Identifizierung eluiert werden:

- Kein Abkratzen von der DC/HPTLC-Platte
- Semi-automatisierte Bedienung
- Kompatibel zu den gängigsten HPLC-MS-Systemen

www.camag.com/tlc-ms

CAMAG Weltweit führend in der Planar-Chromatographie