

Identifizierung volatiler organischer Verbindungen zur Differenzierung monofloraler Honige mittels Headspace-GC-MS/-IMS

Einleitung

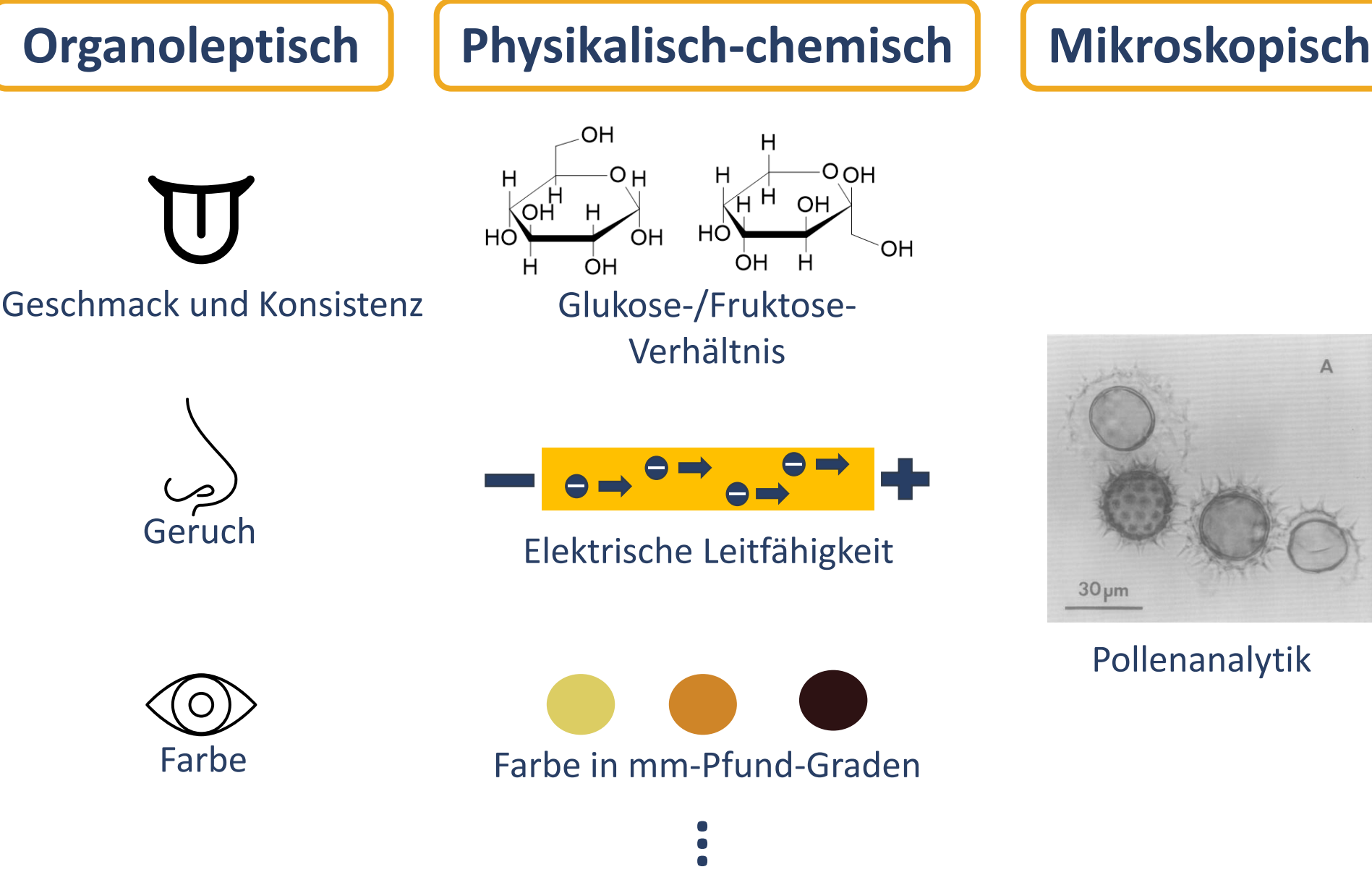
- Honig ist unter den Top 10 beim Lebensmittelbetrug (Food Fraud)
- Dieser ist ein natürliches Produkt, das von Bienen durch das Sammeln von Nektar oder Honigtau erzeugt wird
- Veränderungen der natürlichen Beschaffenheit oder eine falsche Deklaration der Herkunft stellen einen Food Fraud dar
- Botanische Herkunft wird als monofloral bezeichnet, wenn der Honig überwiegend einer Pflanzenart entstammt
- Beispiel:



→ Rapshonig

Aktuelle Analytik

- Von welcher/n Pflanze/n stammt der Honig?
→ Monofloraler Honig muss laut Honig-Verordnung die jeweiligen sortentypischen Merkmale aufweisen:



→ Aufwendiger Multi-Methoden-Ansatz

Ziel

- Ionenmobilitätsspektrometrie (IMS) zur Unterscheidung der monofloralen Honige anhand des Profils flüchtiger organischer Verbindungen (VOCs)

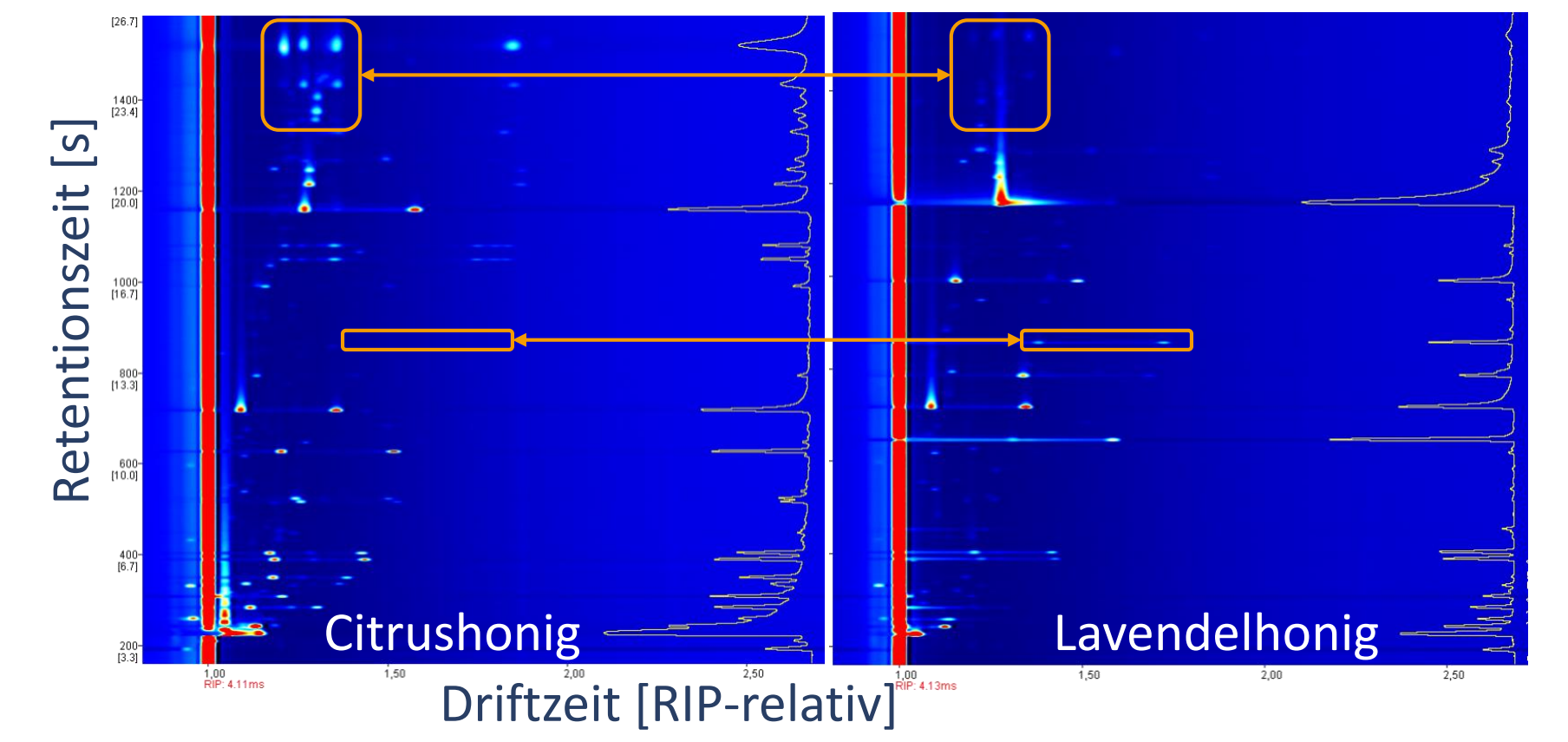


Abbildung 1: Headspace-GC-IMS-Messung von Citrus- und Lavendelhonig.

- Bereits optisch sind Unterschiede erkennbar
- Zur Zuordnung einer unbekannt Probe wird ein Klassifizierungsmodell benötigt
- Zusätzlich: Identifizierung der VOCs durch Verwendung der Massenspektrometrie (MS)

Methode

Probenmaterial

- 64 Honigproben in 11 verschiedenen Sorten

Instrumentation

- Headspace-GC-MS/-IMS mit folgendem Aufbau

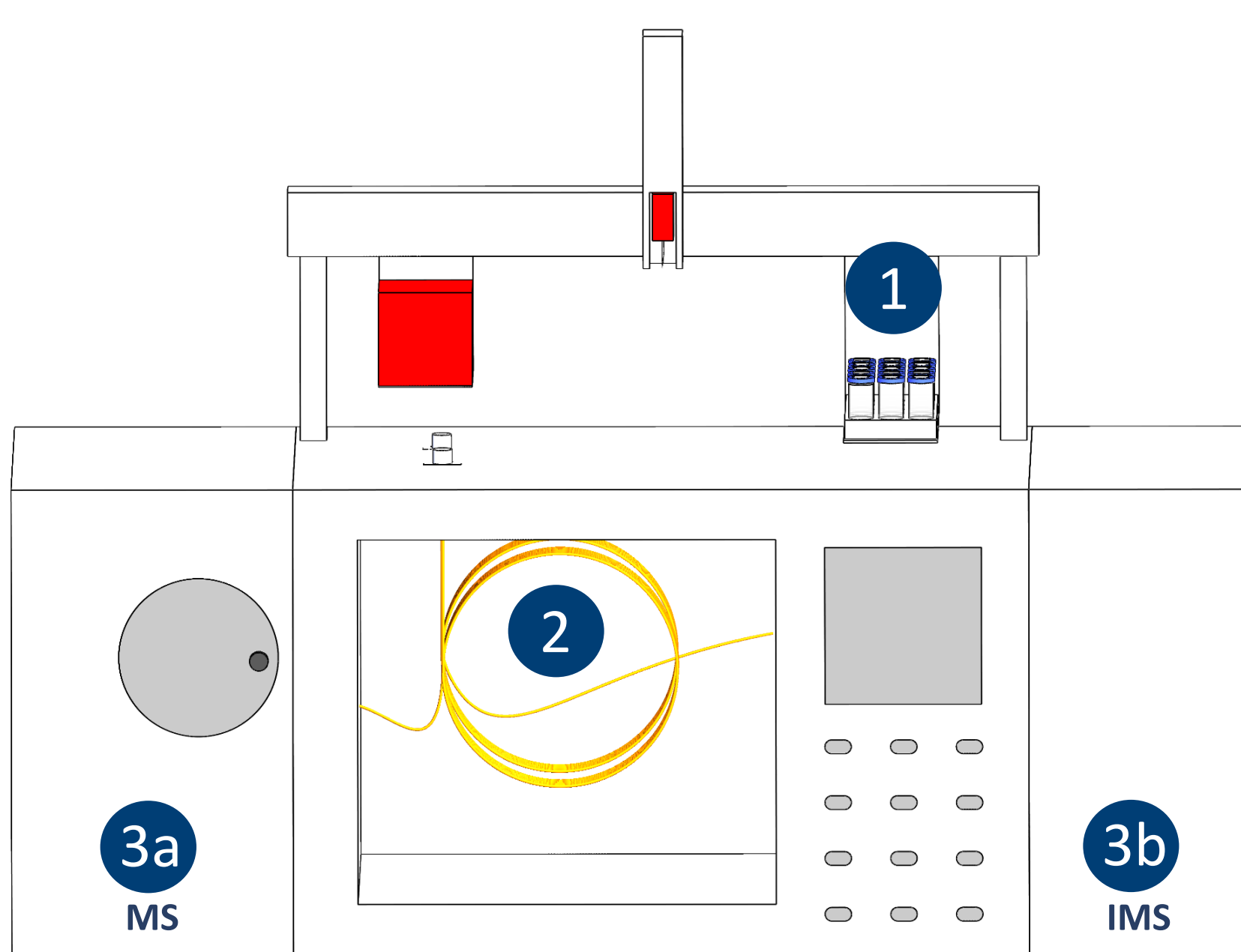
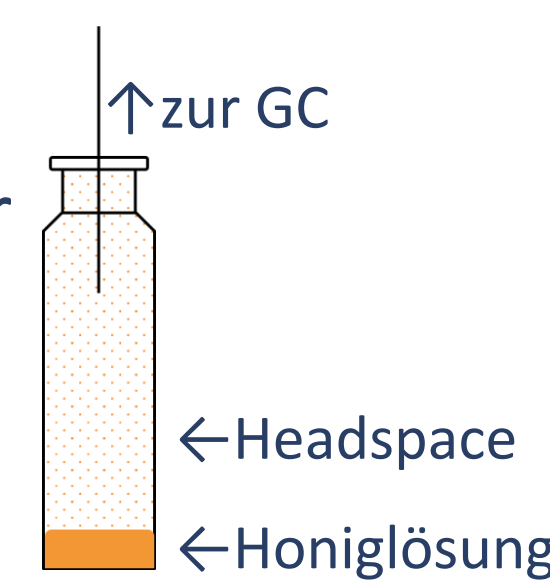


Abbildung 2: Zeichnung des verwendeten Headspace-GC-MS/-IMS.

1 Headspace-Probenahme

- Headspace (dt. Dampfraum) über der Probe wird analysiert
- Kaum Probenvorbereitung notwendig



3a Massenspektrometrie

- MS bietet große Datenbanken
→ Identifizierung der flüchtigen Verbindungen

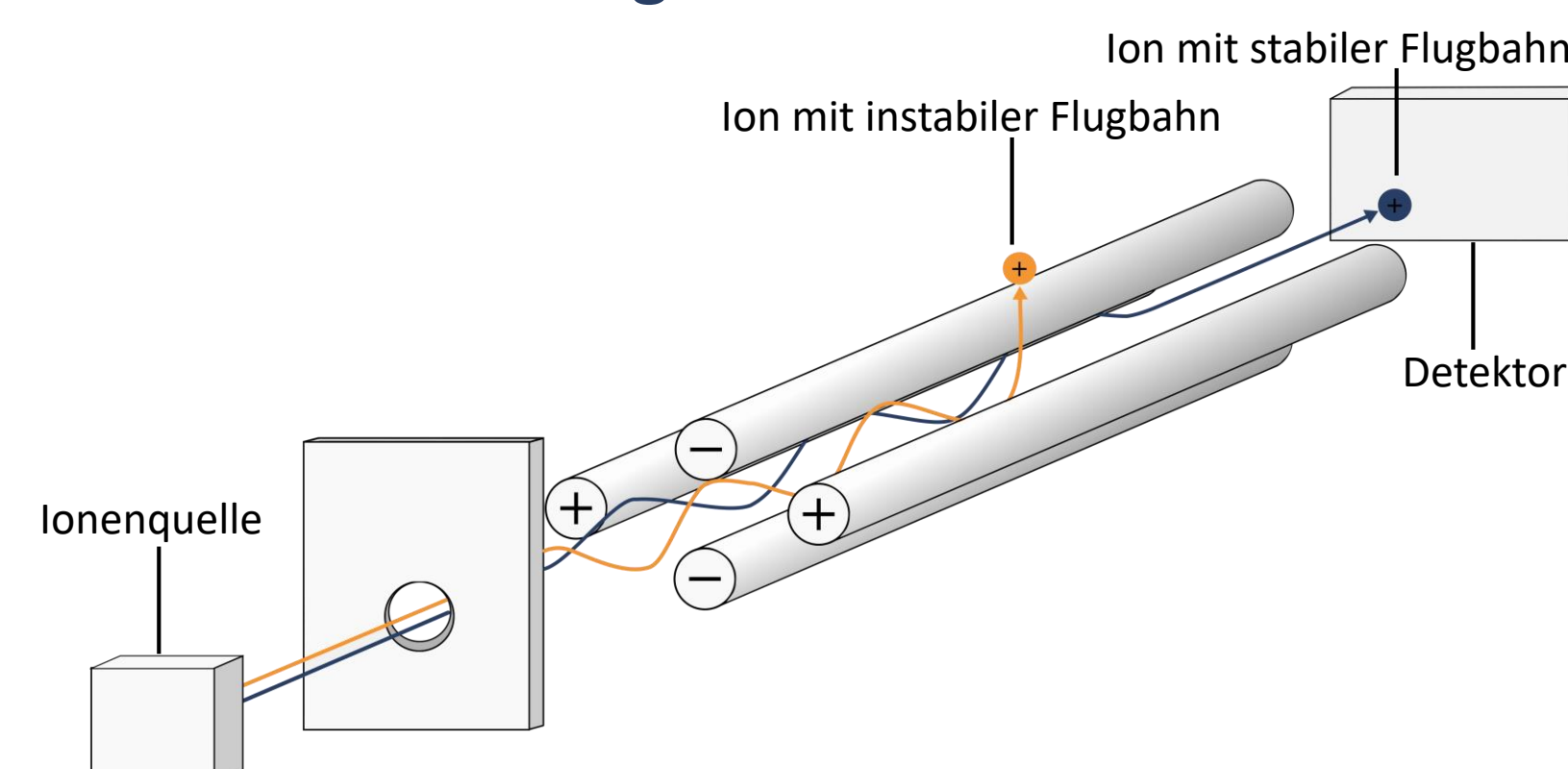


Abbildung 3: Schematische Darstellung eines Quadrupol-MS.

2 Gaschromatographie

- Gaschromatographie (GC) zur Trennung der Analyten
- Zwei Flusslinien, die jeweils für ein Spektrometer sind

3b Ionenmobilitätsspektrometrie

- IMS bietet als weitere Trenndimension die Driftzeit
- Kostengünstig und wartungsarm
- Gut geeignet für das VOC-Profil

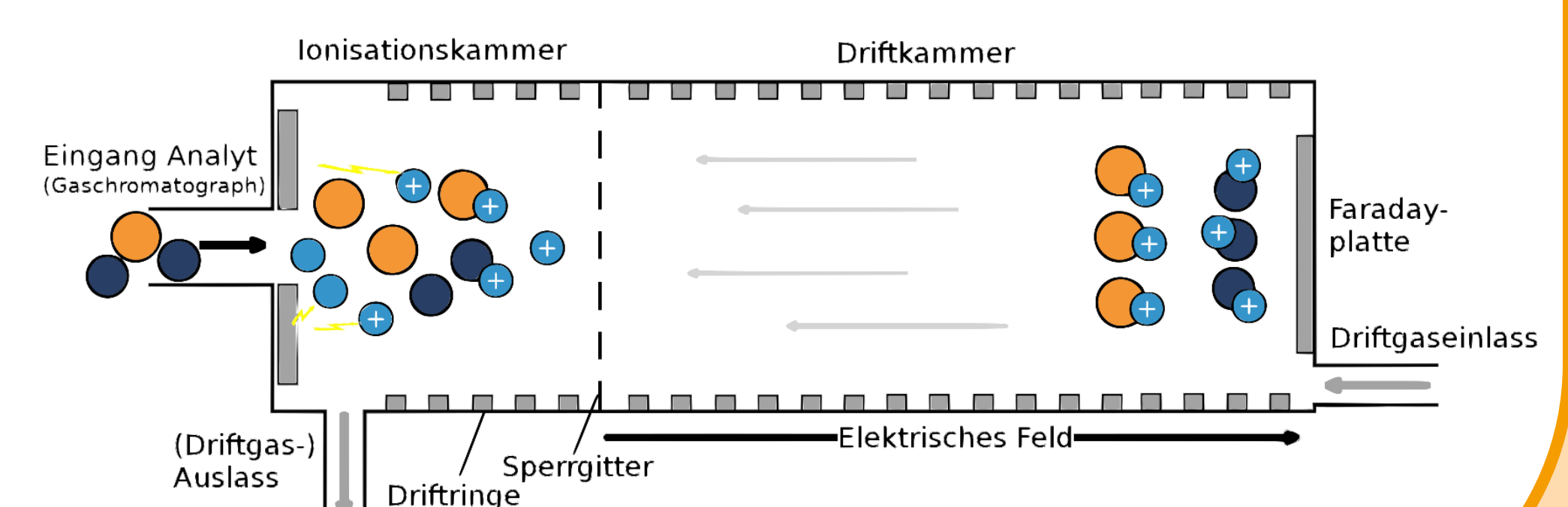


Abbildung 4: Schematische Darstellung eines IMS.

Datenauswertung

- Setzen von Areas → Bereiche zur Bestimmung der Signale für alle Messungen

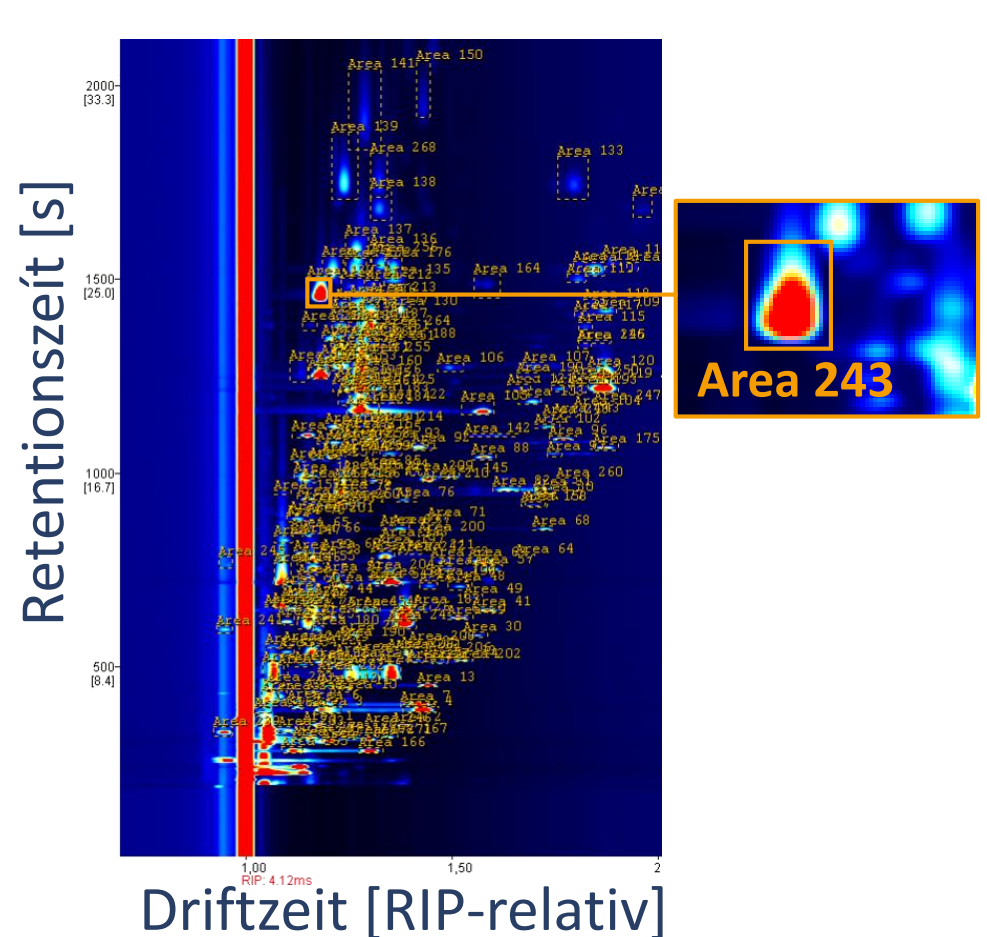


Abbildung 5: Überlagerte Headspace-GC-IMS-Messungen mit markierten Areas.

- Durchführung einer Hauptkomponentenanalyse und einer linearen Diskriminanzanalyse (PCA-LDA) für alle Areas → nur wenige Honigsorten gut differenzierbar

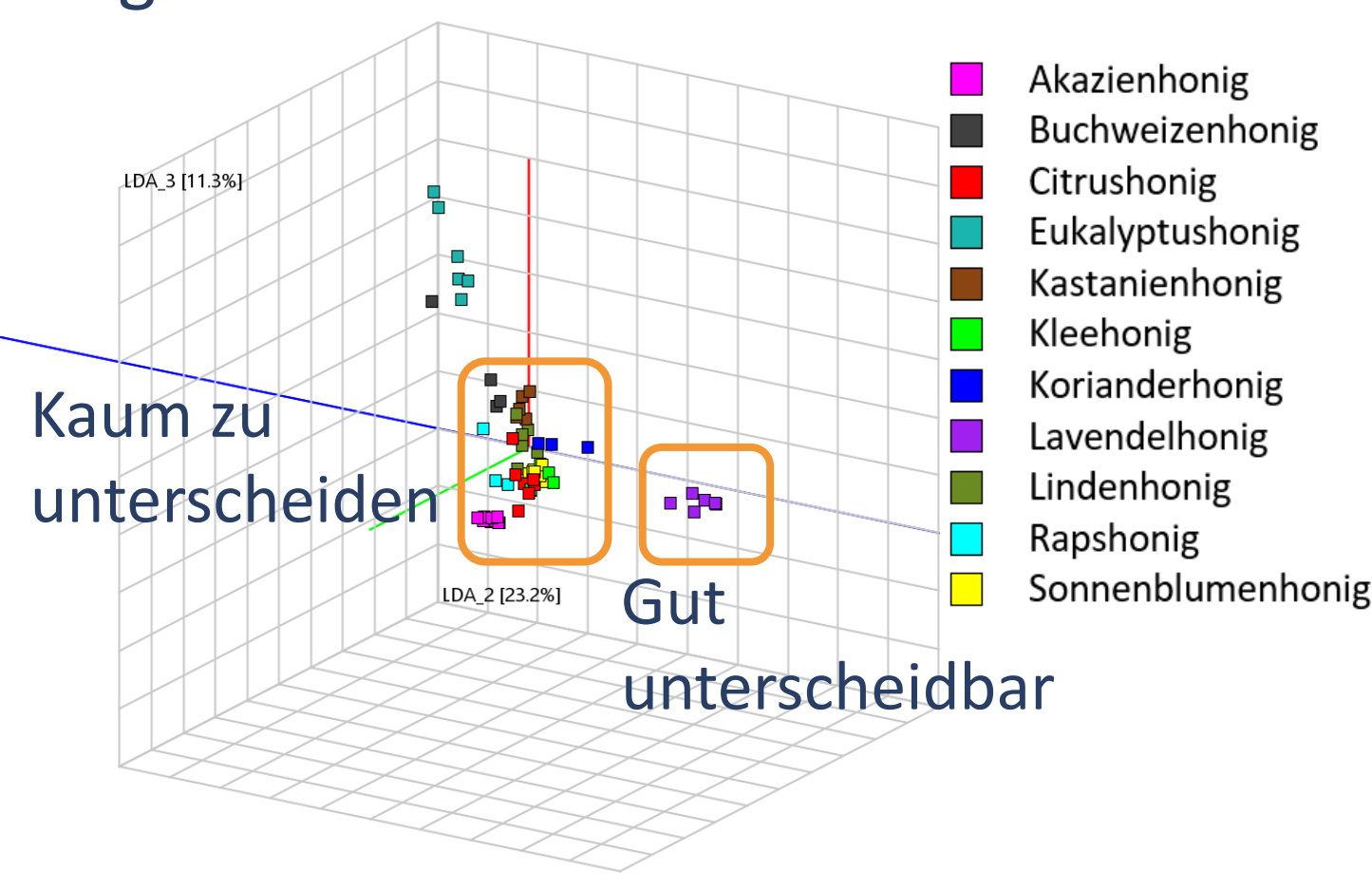


Abbildung 6: PCA-LDA aller Honigsorten mit allen Areas.

- Honigsorten, die über bestimmte Signale (Marker) eindeutig differenzierbar sind, werden durch univariate Entscheidungen vorher aussortiert → Reduzierte und verbesserte PCA-LDA für die verbleibenden Honigsorten

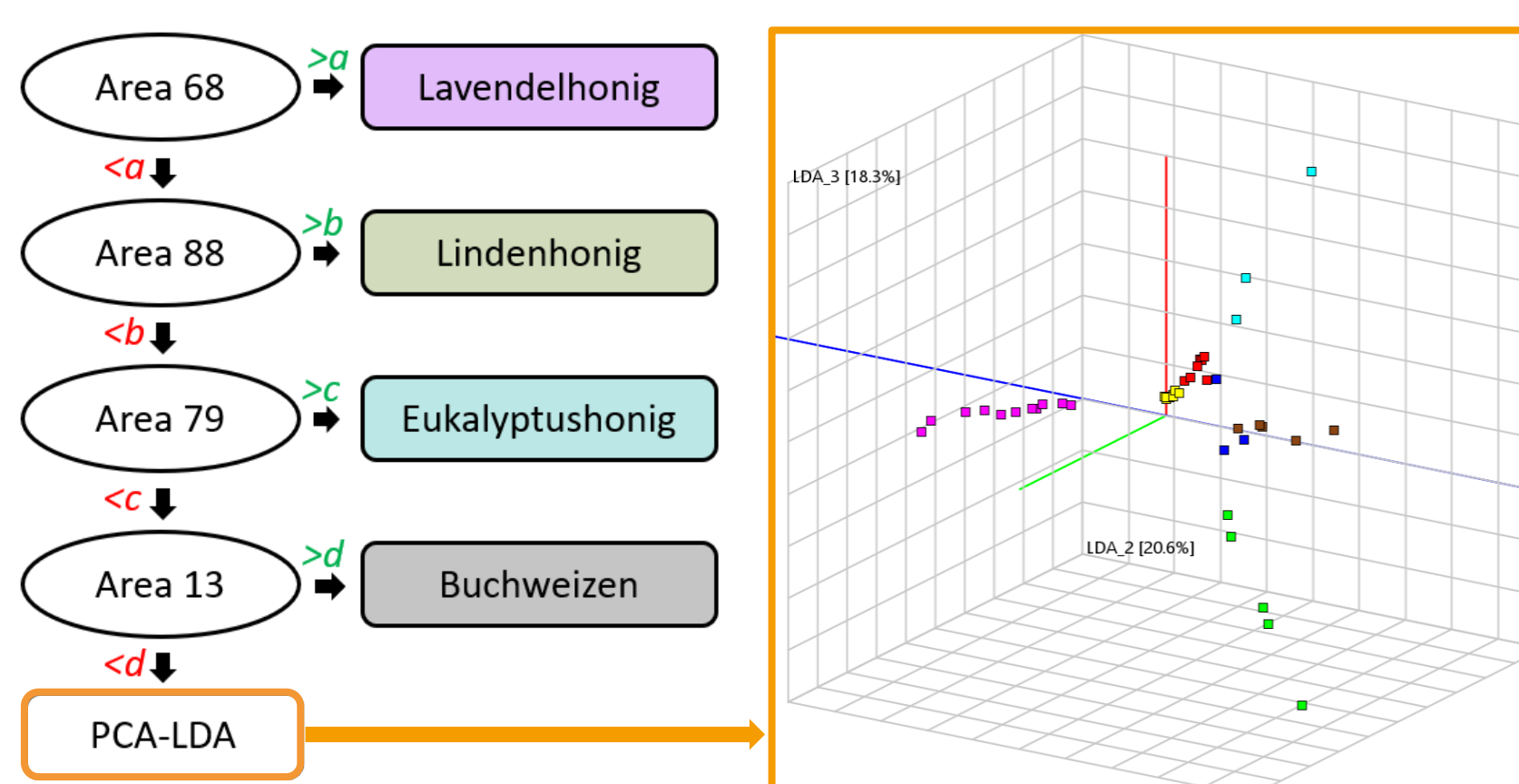


Abbildung 7: Entscheidungsbaum mit univariater Klassifizierung und abschließender, optimierter PCA-LDA.

- Identifizierung der Marker-Substanzen

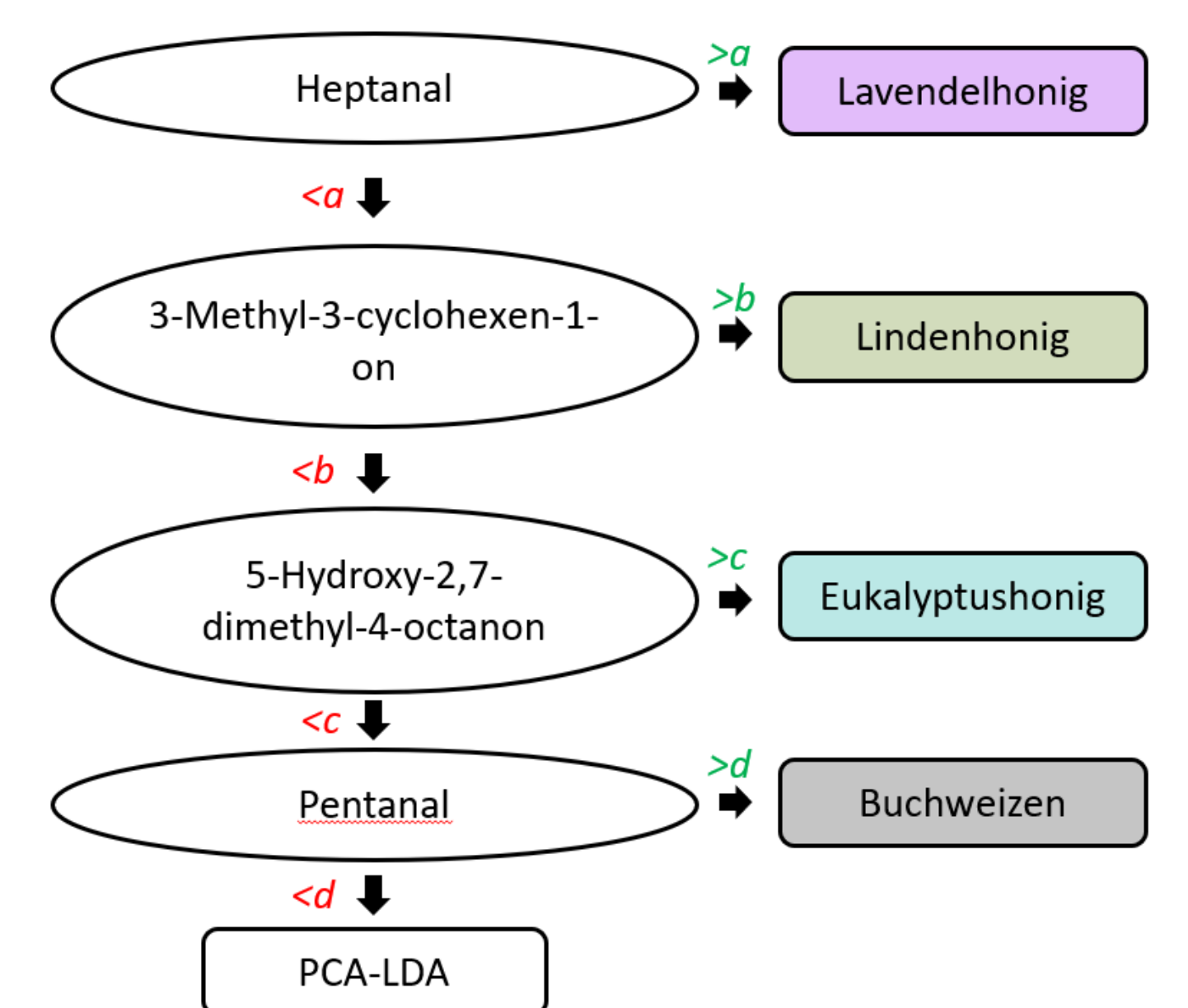
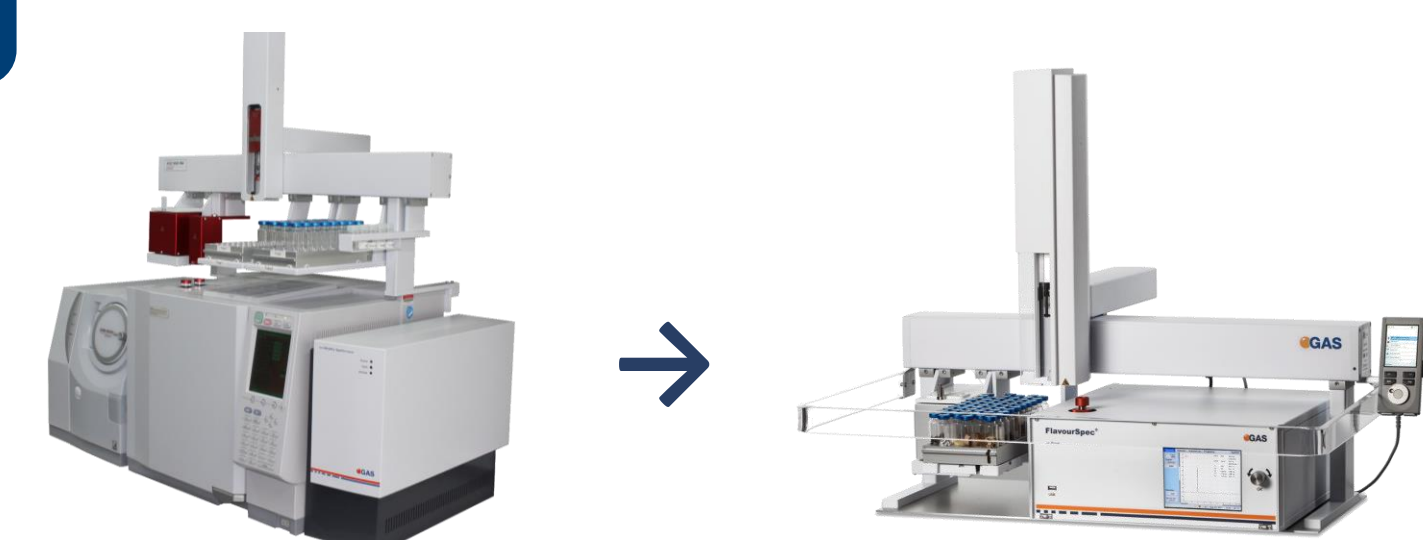


Abbildung 8: Endgültiger Entscheidungsbaum mit identifizierten Marker-Substanzen und abschließender, optimierter PCA-LDA.

Fazit und Ausblick

- Honigsorten lassen sich durch die IMS anhand des VOC-Profiles unterscheiden
- Differenzierung mit Hilfe von univariater und multivariater Datenanalyse möglich
- Markersubstanzen zur multivariaten Entscheidung sind zudem identifizierbar
→ Rückschlüsse zur Sensorik eventuell möglich



- Methode übertragbar auf günstigere Easy-in-use-Systeme