

5. Zusammenfassung

Da Metaweinsäure gegen Weinsteinausfall stabilisieren kann, wird sie in der Weinherstellung verwendet. Bei Traubensäften ist das Ausfallen von Weinstein ebenfalls zuweilen ein Problem, weshalb auch hier auf Metaweinsäure zurückgegriffen werden könnte, obwohl dies nicht zulässig ist. Bislang ist eine geeignete Methode für deren Nachweis in geringen Konzentrationen nicht beschrieben worden.

In dieser Arbeit konnte eine Methode entwickelt werden, mit der die sichere Bestimmung von Metaweinsäurezusatz in Traubensäften möglich ist.

Für die LC-MS/MS wurde die Trennsäule Hi-Plex H von Varian verwendet, da sie in der Lage ist, die Metaweinsäure-Polymere zu retardieren. Als Fließmittel wurde 0,05 %ige Ameisensäure eingesetzt, so dass keine teuren organischen Komponenten benötigt werden. Zudem kann unter isokratischen Bedingungen gearbeitet werden, wodurch die Analysenzeit verkürzt wird. Dies liegt daran, dass eine Rückspülung auf die Ausgangskonzentration, wie sie bei Anwendung eines Gradienten nötig ist, wegfällt.

Es stellte sich heraus, dass sich der Nachweis auf bestimmte Oligomere in der Metaweinsäure beschränken muss, da das gesamte Oligomergemisch nicht mit gleicher Rate nach der Aufarbeitung wiedergefunden werden konnte. Als die geeignetsten Oligomere erschienen das Trimer, das Tetramer und das Pentamer, da diese am besten nachweisbar waren.

Die Probe wurde über einen quarternären Amin-Anionenaustauscher aufgereinigt. Dieser wurde mit 1 N Natronlauge konditioniert, neutral gewaschen, die Probe aufgegeben und mit 6 N Ameisensäure eluiert. Das Eluat konnte direkt zur Vermessung verwendet werden. Hierbei konnten die drei betrachteten Oligomere quantitativ isoliert werden.

In der entwickelten Methode ergibt sich, dass eine Bestimmung für die betrachteten Oligomere ab 10 mg/L Metaweinsäure im Saft sicher ist, da auch Blindproben in geringem Maße die gesuchten Signale aufwiesen. Der lineare Bereich der Kalibrierung liegt zwischen 10 mg/L und 200 mg/L Metaweinsäure im Saft. Diese Grenze ist darauf zurückzuführen, dass durch die Aufreinigung eine Verdünnung stattfindet, unverdünnt wäre die Grenze etwa halb so hoch.

Aufgrund der Hydrolyse der Metaweinsäure ist das ermittelte Ergebnis umso genauer, je kürzer die Lagerdauer der untersuchten Probe ist. Bei einer Lagerdauer von weniger als einem Monat bei Raumtemperatur können die Ergebnisse als durch Hydrolyse unverfälscht angesehen werden. Bei gekühlten Proben ist die Stabilität der Metaweinsäure wesentlich erhöht.

In insgesamt zwölf untersuchten Saftproben wurde Metaweinsäure in zwei Traubensäften nachgewiesen. In Traubensaftkonzentraten wurde in den elf untersuchten Proben keine Metaweinsäure gefunden.

Tests zeigten jedoch, dass die entwickelte Methode zum Nachweis von Metaweinsäure sowohl in roten und weißen Traubensäften, als auch in Konzentraten geeignet ist.