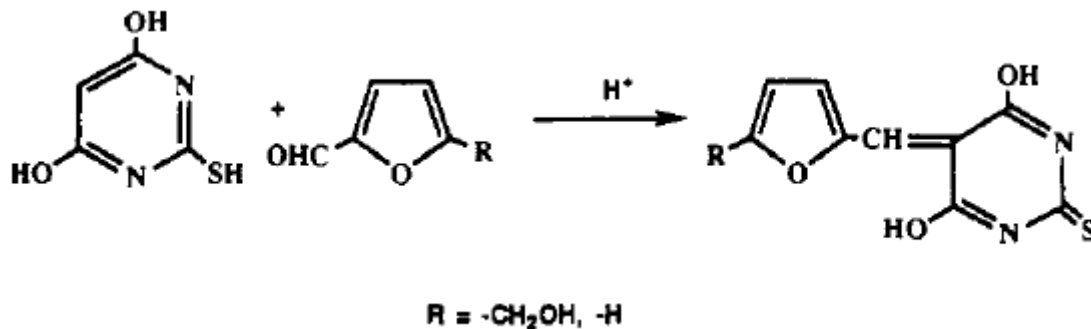


Bestimmung von 5-Hydroxymethylfurfural in Obstsäften

1. Prinzip

Thiobarbitursäure reagiert im stark sauren Medium mit 5-Hydroxymethylfurfural zu einer im visiblen Spektralbereich detektierbaren Kondensationsverbindung. Über das Beer-Lambertsche Gesetz kann die Konzentration im Untersuchungsgut ermittelt werden.



1. Material und Methoden

- Thiobarbitursäure 25 mM in Reinstwasser (TBA)
- Trichloressigsäure 12 % m/m (TriCA)
- Stammlösung 5-HMF 1g/l in Acetonitril
- Carrez-Lösungen I & II
- Reinstwasser
- Spektrofotometer
- Thermoblock, Heizbäder
- Vortex
- Probenmaterial (Frischobst, Obstsäfte)
- Reaktionsvials 2 ml
- Zentrifugentubes 12 ml
- Einweg Semimicro-Küvetten

2. Versuchsanleitung

Herzustellende Lösungen

⇒ **nur abgegebenes Reinstwasser verwenden**

- Je 10 ml Kalibratoren-Level mit 2, 4, 6, 8 und 10 mg 5-HMF/L in Reinstwasser

Ansätze

- 5 Kalibratoren, Blank (Reinstwasser)
- Frischsäfte
- thermisch behandelte Frischsäfte bei 80 °C und 120 °C jeweils während 10min, jeweils im Eisbad abkühlen

Probenvorbereitung (Säfte)

- je 2 ml Probe in zwei 2-ml Reaktionsgefäße einpipettieren
- 20 µl Carrez-Lösung I zupipettieren, 10 s vortexen
- 20 µl Carrez-Lösung II zupipettieren, 10 s vortexen
- 5 min bei 25000 g zentrifugieren

Derivatisation, spektralphotometrische Analyse

Proben, Kalibratoren, Reagenzien-Blank

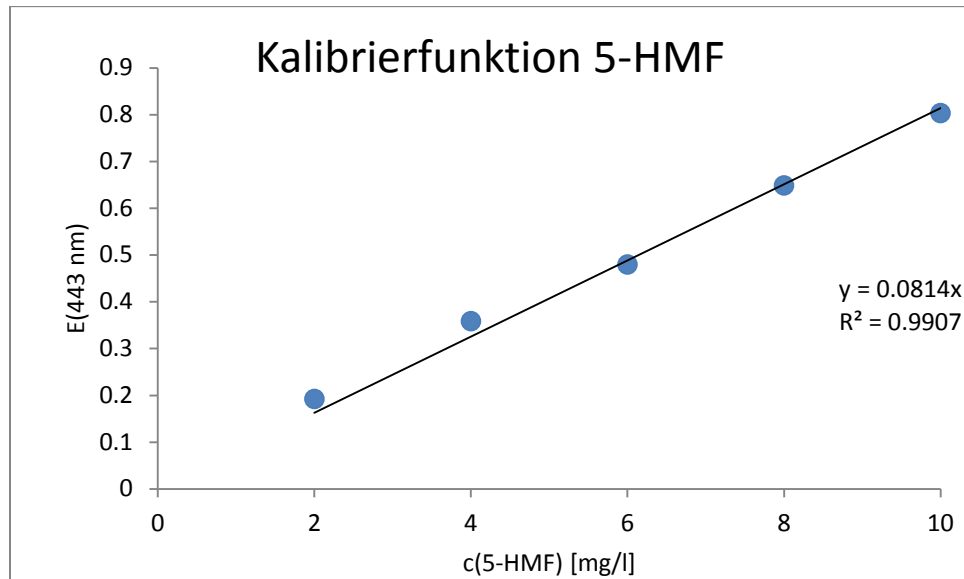
- 1 ml Untersuchungsgut in ein 15 ml Zentrifugentube einpipettieren
- 1 ml Trichloressigsäure 12 % m/m (TriCA) zupipettieren
- 1 ml Thiobarbitursäure 25 mM in Reinstwasser (TBA) zupipettieren
- Tube verschliessen, mischen
- 30 min (Stoppuhr) im Wasserbad bei 40 °C reagieren lassen
- im Eisbad abkühlen
- 2 ml Ansatz (nur Proben) in ein 2-ml Reaktionsgefäss einpipettieren
- 5 min bei 25000 g zentrifugieren
- 1 ml bei 443 nm Extinktion messen (Einweg Semimicro-Küvetten, **Pfeilmarkierung nach vorn, also sichtbar !!!**), Nullabgleich mit Reinstwasser

Proben-Blank

- 1 ml Untersuchungsgut in ein 15 ml Zentrifugentube einpipettieren
- 1 ml Trichloressigsäure 12 % m/m (TriCA) zupipettieren
- 1 ml Reinstwasser zupipettieren
- weiter verarbeiten wie Proben und Kalibratoren

3. Auswertung

- Nullabgleich gegen Reinstwasser
- Extinktionen aller Ansätze bei 443 nm messen
- 1. Reagenzien-Blank Korrektur für alle Ansätze (Kalibratoren, Proben)
- 2. Proben-Blank Korrektur für korrespondierende Probe
- Kalibrierfunktion als Ausgleichsfunktion für $E_{443\text{nm}}(c_{\text{Kal},i}) = S c_{\text{Kal},i}$ ($i = 1-5$), d.h. **durch (0/0)**



- Analysenfunktion daraus $c = E_{443\text{nm}} / S$

Quelle

Article No. fs980385 Lebensm.-Wiss. u.-Technol., 31, 612–616 (1998)

A Rapid Method to Monitor Quality of Apple Juice During Thermal Processing

E. Cohen†, Y. Birk, C. H. Mannheim and I. S. Saguy*