



Niedersachsen

**Niedersächsisches Landesamt  
für Verbraucherschutz und  
Lebensmittelsicherheit**

• Lebensmittel- und Veterinärinstitut Oldenburg

## **Stabilisotopenanalyse im Lebensmittel- und Veterinärinstitut Oldenburg 2014**

### **Wein**

Im Rahmen eines Projektes<sup>1</sup>, das die Untersuchung von italienischen Bio-Weinen aus den Abruzzen zum Ziel hatte, wurden im LVI Oldenburg 133 Weine für andere Bundesländer und 8 Weine in Zusammenarbeit mit dem LVI Bs/H für Niedersachsen untersucht. Zur finanziellen Kompensation wurden die Bestimmung der  $DH_I$ - und  $DH_{II}$ -Werte des Ethanol des Weines mittels NMR<sup>2</sup> und die Herstellung der dafür notwendigen Destillate der niedersächsischen Proben im [LGL Würzburg](#) durchgeführt.

Der Untersuchungsumfang war:

1. Bestimmung von  $d^{13}C$  in Ethanol, Glycerin und Zuckern im Wein
2. Bestimmung von  $d^{18}O$  im Ethanol des Weines  
Die Destillate wurden von den anderen Bundesländern hergestellt. Die in Niedersachsen entnommenen Weine wurden im LGL Würzburg destilliert.
3. Bestimmung von  $d^{18}O$  im Weinwasser bei den in Niedersachsen entnommenen Proben.

Etwa 40 weitere Weine wurden im Rahmen der normalen Zusammenarbeit mit dem LVI Bs/H untersucht.

In 3 Proben des Projektes wurde im LVI Oldenburg Zucker mit unnatürlich positiven  $d^{13}C$ -Werten<sup>3</sup> nachgewiesen. In einer dieser Proben war der Zuckergehalt ausreichend, um daraus den potentiellen Alkohol<sup>4</sup> herzustellen und darin mittels NMR den Nachweis zu führen, dass weinfremder Zucker enthalten war. Diese Probe wurde im LGL Würzburg beanstandet.

### **Sonnenblumenkerne**

Es wurden 22 Proben verschiedener Sonnenblumenkerne für das LVI Bs/H untersucht. Es wurden  $d^{13}C$  und  $d^{15}N$  in der fettfreien Trockenmasse gemessen. Es war anhand des  $d^{15}N$ - und des  $d^{13}C$ -wertes keine Zuordnung nach Erzeugerstaat möglich. Das muss beim  $d^{13}C$  auch nicht unbedingt der Fall sein. Es ist keine Tendenz erkennbar, dass der  $d^{15}N$ -Wert<sup>5</sup> in irgendeiner Weise mit den Angaben „bio“ bzw. „konventionell“ korreliert. Vanille

Die Untersuchung von Vanillin in Speiseeis mit Hilfe der Stabilisotopenanalyse ist im LVI Oldenburg gut etabliert. In jedem Jahr werden daher Speiseeisproben<sup>6</sup> untersucht, da immer noch Eis gefunden wird, das falsch gekennzeichnet ist. Hin und wieder werden auch Einzelproben unter-

<sup>1</sup> Ein Projekt der Unterarbeitsgruppe Stabilisotope der Arbeitsgruppe Wein und Spirituosen

<sup>2</sup> Die NMR (nuclear magnetic resonance) ist eine Methode, die das Stabilisotopenverhältnis des Kohlenstoffs positionsspezifisch im Ethanol bestimmen kann.

<sup>3</sup> Ungewöhnlich positive  $d^{13}C$ -Werte weisen auf den nicht erlaubten Zusatz von C4-Zucker, z. B. in Rohrzucker oder Zucker aus Maishydrolysat, hin.

<sup>4</sup> Der potentieller Alkohol ist der Alkohol, der aus der Restsüße des Weines nach dem Entfernen des vorhandenen Alkohols durch eine zusätzliche Vergärung gewonnen werden kann.

<sup>5</sup> Biolebensmittel werden in einer Kreislaufwirtschaft erzeugt. Grundsätzlich erhöht sich dadurch der  $d^{15}N$ -Wert im Vergleich zu konventionell erzeugten Lebensmitteln. Das ist jedoch nicht bei allen Lebensmitteln so ausgeprägt, dass der  $d^{15}N$ -Wert als alleiniger Indikator für biologische Erzeugung dienen kann.

<sup>6</sup> Im Jahr 2014 waren das 7 Stück. Die geringe Zahl resultiert daher, dass nur noch Proben mittels Stabilisotopenanalyse untersucht werden, bei denen aufgrund der konventionellen Analyse ein Verdacht vorliegt.

sucht wie z. B. Erdbeeraromamischung mit Vanillin oder auch ganze Vanilleschoten. Zusätzlich wurden 8 Vanilleschoten verschiedener Herkunft, die vom Institut für Hygiene und Umwelt (Hamburg) als Referenzproben zur Verfügung gestellt worden waren, untersucht.

## Fleisch

Die Unterscheidung von Rindern aus Deutschland und Südamerika ist im LVI Oldenburg gut etabliert. Bei 20 Proben ergab sich jedoch kein Hinweis auf eine falsche Ursprungsangabe. Von 20 Proben Schinken, die zum Kennenlernen eventueller Unterschiede zwischen Serrano- und Parmaschinken dienen sollten, waren 18 Serranoschinken. Das Projekt wird wiederholt, um mehr Daten zur Verfügung zu haben. Andere Schinken werden dann ebenfalls berücksichtigt.

Milch

Die Untersuchung von Milch und Käse wird regelmäßig mit Fachbereich 31 des LVI Oldenburg vereinbart. Im Jahr 2014 wurde hauptsächlich Milch untersucht. Insgesamt (2014 und davor) wurden bisher 59 Proben Biomilch und 12 Proben konventionelle Milch auf  $d^{13}C$  untersucht. Während die  $d^{13}C$ -Werte der konventionellen Milch sich zwischen -21,6 und -23,6 ‰ VPDB bewegen, findet man bei Biomilch Werte zwischen -23,9 und -27,6 ‰ VPDB. Danach wäre eine Unterscheidung zwischen bio und konventionell alleine anhand des  $d^{13}C$ -Wertes möglich. Da relativ wenige Proben konventioneller Milch untersucht worden sind, kann das bisher nur mit Vorbehalt behauptet werden.

Zur Herkunftsanalyse fehlen weitere Daten. Aus den bisherigen Proben kann man annehmen, dass Milch aus Niedersachsen ( $d^{18}O_{aq}$  positiver als -5,5 ‰ VSMOW) von Milch aus Bayern ( $d^{18}O_{aq}$  negativer als -6,5 ‰ VSMOW) gut zu unterscheiden ist.

## Spargel

Im Rahmen der Norddeutschen Kooperation wurde ein Projekt zur Herkunftsanalyse von weißem Spargel durchgeführt. Neben den amtlichen Proben der Lebensmittelüberwachung sollten zu Vergleichszwecken sowohl Referenzproben aus den teilnehmenden Bundesländern als auch Proben mit der Herkunftsangabe Spanien, Griechenland, Polen, Italien und Ungarn analysiert werden. Insgesamt wurden 77 Handelsproben zur Untersuchung eingesandt. Darunter waren sechs mit der Herkunftsangabe Polen und vier mit der Herkunftsangabe Griechenland. Zur Fortschreibung der Datenbank authentischer Spargelproben wurden 30 Referenzproben zur Untersuchung eingesandt.

Die Proben wurden mittels Stabilisotopenanalyse untersucht. Bei keiner der zu prüfenden Proben ergab sich ein belastbarer Anfangsverdacht auf eine falsche Angabe der Herkunft.

## Essig

Bei 2 Proben Essig bestand der Verdacht der fälschlichen Kennzeichnung als Aceto Balsamico. Mit Hilfe der LC-IRMS ( $d^{13}C$ ) konnte nachgewiesen werden, dass der Verdacht richtig war.

## Kartierung Niedersachsen

Nachdem im Jahr 2013 eine ausführliche Zusammenstellung der Ergebnisse des Kartierungsprojektes niedersächsischer Grund- und Oberflächenwässer erstellt worden war, wurden im Jahr 2014 noch einige zusätzliche Wasserproben untersucht. Mit Beginn des Jahres 2015 wurde das Projekt, das mit Unterstützung durch das NLWKN<sup>7</sup> durchgeführt worden ist, beendet. Dem NLWKN wird für die geleistete Arbeit der vielfachen Probenahme herzlich gedankt. Eine Zusammenstellung aller Untersuchungsergebnisse soll zeitnah erstellt werden. Eine Zwischenbilanz wurde im Jahr 2013 erstellt, dem NLWKN vorgestellt und im Rahmen der Veranstaltung „Central European Meeting for Isotope Users 2013“ in Bremen vorgetragen.

## Praktikum

Eine Studentin der Lebensmittelchemie in Halle, hat im LVI Oldenburg während der Semesterferien in einem freiwilligen Praktikum untersucht, wie sich verschiedene Extraktionsmittel auf die

---

<sup>7</sup> Niedersächsischer Landesbetrieb für Wasserwirtschaft, Küsten- und Naturschutz

Ergebnisse der Stabilisotopenanalyse der fettfreien Trockenmasse von Lebensmitteln<sup>8</sup> auswirken. Dazu wurde eine Posterpräsentation für die Tagung der Lebensmittelchemischen Gesellschaft in Oldenburg am 9./10. März 2015 angemeldet.

## **Publikation**

Die Zusammenarbeit mit einer Doktorandin, die im LVI Oldenburg im FB 43 ihre Diplomarbeit angefertigt hatte und danach eine Promotionsstelle in der Hochschule Geisenheim antreten konnte, führte im Jahr 2014 zu einer gemeinsamen Publikation „Identification of gum arabic in white wine based on colloid content, colloid composition and multi-element stable isotope analysis“ in der Zeitschrift *European Food Research & Technology*<sup>9</sup>.

---

<sup>8</sup> Die fettfreie Trockenmasse ist in Lebensmitteln vom Tier im Wesentlichen das Protein. Das Protein enthält Kohlenstoff, Stickstoff, Schwefel, Sauerstoff und Wasserstoff, weswegen es sich für die Stabilisotopenanalyse meistens besonders eignet.

<sup>9</sup> <http://link.springer.com/article/10.1007%2Fs00217-014-2395-5#>