

CHROM. 12,659

SCHNELLE BESTIMMUNG VON NONYLSÄUREVANILLYLAMID UND ANDEREN CAPSAICINOIDEN IN CAPSICUM-FRÜCHTEN UND -EXTRAKTEN MITTELS Ag^+ -KOMPLEXIERUNGS-HOCHLEISTUNGS-FLÜSSIG-CHROMATOGRAPHIE*

J. JURENITSCH** und I. KAMPELMÜHLER

Institut für Pharmakognosie der Universität Wien, Währingerstrasse 25, A-1090 Wien (Österreich)

(Eingegangen am 17. Dezember 1979; geänderte Fassung eingegangen am 4. Januar 1980)

SUMMARY

Rapid determination of nonylic acid vanillylamide and other capsaicinoids in Capsicum fruits and extracts by means of Ag^+ -complexation high-performance liquid chromatography

Rapid quantification of nonylic acid vanillylamide in the pungent principle of Capsicum fruits and extracts is possible by reversed-phase high-performance liquid chromatography (HPLC). Separation of the critical pair capsaicin/nonylic acid vanillylamide is obtained after addition of Ag^+ to the mobile phase, because the retention time of capsaicin (side chain unsaturated) is selectively shortened. By means of an internal standard (benzene) and detection at two different wavelengths (capsaicinoids, 280 nm; standard, 254 nm) determination of caprylic acid vanillylamide, nordihydrocapsaicin, dihydrocapsaicin, decylic acid vanillylamide and homodihydrocapsaicin I + II and measurement of the absolute amount of capsaicinoids is possible at the same time. Ag^+ -complexation HPLC gives an equivalent or better precision and reproducibility than gas chromatographic methods. The short time of analysis and easy manipulations offer great advantages for quality control of Capsicum fruits and extracts.

EINLEITUNG

Zur Qualitätskontrolle von Capsicum-Früchten und -Extrakten ist neben der Bestimmung des Gesamtcapsaicinoidgehaltes die Ermittlung der Zusammensetzung des Scharfstoffgemisches notwendig^{1,2}. Grosse Bedeutung kommt dem Nachweis zu hoher Anteile von Nonylsäurevanillylamid (NSVA) zu, welches häufig zur Erhöhung des Scharfwertes beigemischt wird^{1,3,4}. Die Trennung und Bestimmung dieser strukturell sehr ähnlichen Verbindungen^{5,6} erfolgte bisher mittels gaschromatographischer

* Auszugsweise vorgetragen bei den VÖCh Chemietagen, 18-19. Oktober 1979, Graz, Austria.

** Korrespondenzautor.

(GC) Verfahren^{3,4}, welche allerdings eine relativ aufwendige Probenvorbereitung voraussetzten. Mittels einfacher Hochleistungs-Flüssig-Chromatographie (HPLC) an "reversed-phase" Säulen gelang es trotz sonst guter Trennergebnisse bisher nicht, Capsaicin (C) von NSVA zu trennen^{7,8}, eine Quantifizierung war nur unter Anwendung einer apparativ aufwendigen "off-line" Kopplung mit Massenspektrometrie möglich⁶.

Die Auftrennung des kritischen Paares C and NSVA gelingt mit Hilfe der Dünnschichtchromatographie (DC) unter Zusatz von Silbernitrat zur mobilen Phase, wenn Polyamid- oder mit Tetralin imprägnierte Silikagel-Schichten verwendet werden^{9,10}. Wie die Ergebnisse der Arbeitsgruppe von Schomburg^{11,12} bzw. von Tscherne und Capitano¹³ zeigten, lassen sich auch in der "reversed-phase" HPLC die Kapazitätsfaktoren (k') ungesättigter Verbindungen durch derartige Silbersalzzusätze selektiv beeinflussen. Es lag daher nahe, die bisher zur Capsaicinoid-Trennung verwendeten HPLC-Systeme in gleicher Weise zu modifizieren, um eine einfache und gleichzeitige Bestimmung des NSVA- und Gesamtcapsaicinoidgehaltes zu ermöglichen.

EXPERIMENTELLES

Apparaturen

Flüssigkeits-Chromatograph Perkin-Elmer 2/2 + Rheodyne Injektor (175 μ l Schleife); Detektor Perkin-Elmer LC 65 T mit Säulenofen; Integrator Perkin-Elmer M2; Schreiber Perkin-Elmer 023. Säule, LiChrosorb RP-8 (7 μ m), 25 cm \times 4.6 mm I.D. (Knauer, Oberursel, B.R.D.).

Bedingungen

Bei Mischung der mobilen Phase durch Verwendung von zwei Pumpen: Mobile Phase, Methanol-Wasser (53:47, v/v), 2 ml/min; Temperatur, 40°. Die Silbersalze wurden jeweils dem Methanol zugesetzt, 1.2 g AgNO₃ oder 1.6 g AgClO₄ pro 100 ml Methanol entsprechend $37.4 \cdot 10^{-3}$ Mol Ag⁺ pro Liter gesamte mobile Phase.

Bei Vormischung des Fließmittels und Verwendung einer Pumpe: Mobile Phase, Methanol-Wasser (53:47, v/v) + $40.6 \cdot 10^{-3}$ Mol Ag⁺ (AgNO₃ oder AgClO₄), 2 ml/min; Temperatur, 50°.

Massnahmen zur Vermeidung von Silberabscheidung im HPLC-System: Das gesamte System wurde nach Beendigung der Analysen (abends) 45–60 min mit Methanol-Wasser gespült. Zunächst steigerten wir den Methanol-Anteil kontinuierlich auf 99% und reduzierten dann in 10% Schritten auf 1%, um die letzten Reste an Silbersalzen zu entfernen; zusätzlich erfolgte die Spülung der Pumpen mit stark erhöhtem Durchfluss (10 ml/min), wobei das Lösungsmittel mittels eines Dreiwegventils vor der Säule abgeleitet wurde.

Eichung gegen inneren Standard (Benzol)

Die verschiedenen Reinsubstanzen wie Caprylsäurevanillylamid (CSVA), C, Nordihydrocapsaicin (NDHC), NSVA, Dihydrocapsaicin (DHC) und Homodihydrocapsaicin (HDHC) I + II wurden unter Verwendung von Stammlösungen in den Mengenverhältnissen gemischt, wie sie in Drogen und Extrakten vorkommen, mit Benzol (Standard) versetzt und so verdünnt, dass die Konzentrationen denjenigen

der Probeneinspritzlösungen entsprachen. Es ergaben sich folgende, auf Benzol bezogene Standardkorrekturfaktoren: CSVA = 0.170, C = 0.182, NDHC = 0.200, NSVA = 0.191, DHC = Decylsäurevanillylamid (DSVA) = 0.205 und HDHC I + II = 0.344.

Bestimmung des Einzel- und Gesamtcapsaicinoidgehaltes

Fructus Capsici. 0.500 g *Fructus Capsici* (Sieb V-ÖAB. 9) werden in einem 25 ml fassenden Rundkölbchen mit 5 ml Methanol übergossen und auf dem siedenden Wasserbad eine Stunde unter Rückflusskühlung erhitzt. Nach dem Abkühlen setzt man mittels Hamiltonspritze 30–50 μ l Benzol zu und spritzt nach gutem Umschütteln 30 μ l in den HPLC ein.

Extractum Capsici. 50.0 mg Capsicum-Extrakt werden in 4 ml Methanol gelöst und 30–50 μ l Benzol mittels Hamiltonspritze zugesetzt. Nach gutem Umschütteln werden 30 μ l in den HPLC eingespritzt. Die Berechnung erfolgt in der üblichen Weise unter Berücksichtigung der Dichte von Benzol.

ERGEBNISSE UND DISKUSSION

Trennung

Ausgangspunkt für die Versuche zur Trennung der Capsaicinoide mit Hilfe der Ag^+ -Komplexierungs-HPLC waren die bisher verwendeten reversed-phase Systeme mit LiChrosorb RP-8 als Sorbens und Dioxan- oder Methanol-Wasser Gemischen als mobile Phasen⁸. Da Dioxan bei Zusatz von Silbernitrat eine rasche Abscheidung von metallischem Silber bewirkt, setzten wir die Versuche mit Methanol-Wasser fort. Zur Erhöhung der Reproduzierbarkeit verwendeten wir nunmehr einen thermostatisierten Säulenofen, was allerdings eine neuerliche Optimierung des Systems notwendig machte: Bei Temperaturen von 40, 45 und 50° und Durchflussraten von 1, 2 und 3 ml/min wurde im Bereich zwischen 50 und 60% in 1%-Stufen die Methanolkonzentration im Fließmittel variiert, wobei der Einfachheit halber die Zufuhr von Methanol und Wasser mittels zweier getrennter Pumpen erfolgte. Die Relation von Trennleistung und Analysendauer war bei einer Konzentration von 53% Methanol mit einer Durchflussrate von 2 ml/min und einer Ofentemperatur von 40° besonders günstig (Fig. 1).

Bei Verwendung von mit Silbernitrat gesättigtem Methanol konnten wir in einem ersten Versuch selektiv die Retentionszeit von Capsaicin verkürzen. Um die Belastung des HPLC-Systems mit unnötig hohen Silbersalzmengen zu vermeiden, war in einer weiteren Analysenserie die zur Trennung notwendige Minimalkonzentration an Silbernitrat zu ermitteln. Dazu verwendeten wir eine Testmischung von NDHC, NSVA und C gelöst in Methanol, welche wir mit jeweils unterschiedlichen Silbernitrat-Konzentrationen im Methanol-Anteil der mobilen Phase chromatographierten. Mit zunehmender Silbersalzkonzentration ($3.12 \cdot 10^{-3}$ bis $37.4 \cdot 10^{-3}$ M in Methanol-Wasser) nahm die Retentionszeit von C linear ab (Fig. 2), während die Retention von NDHC und NSVA unbeeinflusst blieb. Bereits bei einer AgNO_3 -Konzentration von $18.7 \cdot 10^{-3}$ M lag NSVA von C bzw. NDHC getrennt vor, die vollständige Auftrennung aller drei Komponenten gelang bei einem AgNO_3 -Gehalt von $37.4 \cdot 10^{-3}$ M mobiler Phase (Fig. 3). Gleiche Ergebnisse erhielten wir bei Verwendung äquivalenter Mengen an AgClO_4 .

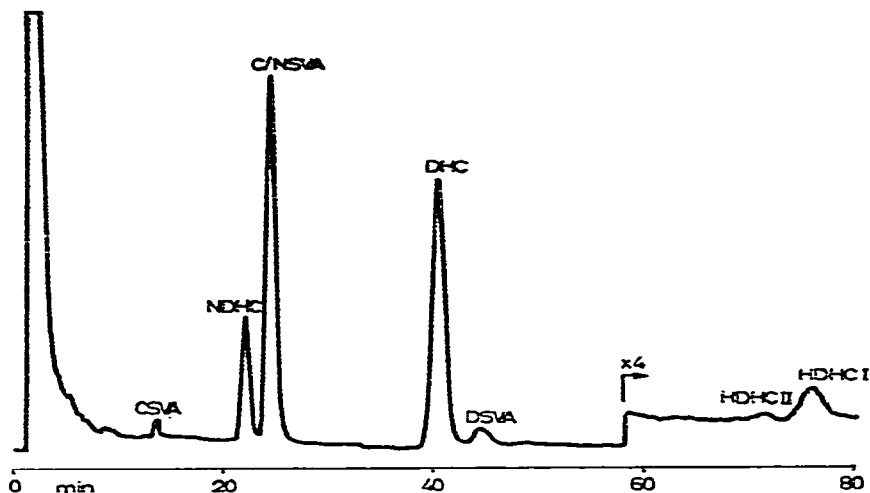


Fig. 1. Trennung der Capsaicinoide aus *Fructus Capsici* mittels reversed-phase HPLC. Säule, 250 × 4.6 mm I.D., LiChrosorb RP-8 (7 μ m); mobile Phase, Methanol-Wasser (53:47, v/v), 2 ml/min; Temperatur, 40°; Detektion, UV 280 nm.

Im Hinblick auf eine möglichst allgemeine Anwendbarkeit des Verfahrens schien es nun zweckmässig, die mobile Phase vorzumischen und über nur eine Pumpe zu fördern. Dazu erwies sich allerdings eine neuerliche Modifikation der HPLC-Bedingungen als notwendig, da wir zunächst bei gleicher Ofentemperatur (40°) und Ag^+ -Konz. ($37.44 \cdot 10^{-3} M$) stark erhöhte k' -Werte und eine deutlich schlechtere Auflösung von C und NDHC feststellten. Dieses Phänomen war mit

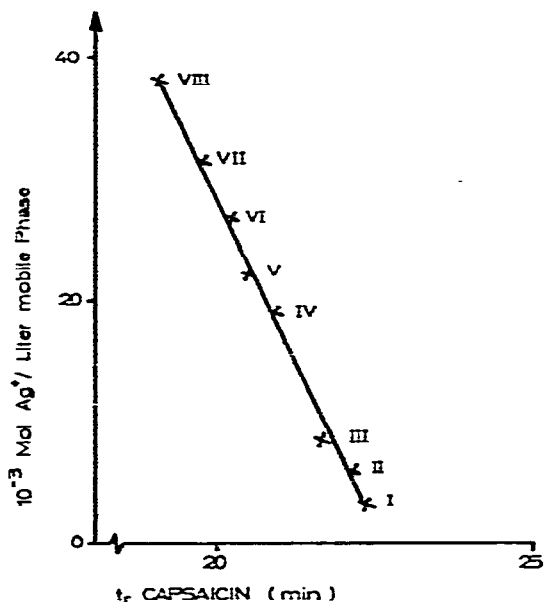


Fig. 2. Retentionszeit (t_r) von Capsaicin in Abhängigkeit der Ag^+ -Konzentration in der mobilen Phase; die römischen Ziffern (I–VIII) entsprechen den Chromatogrammen in Fig. 3.

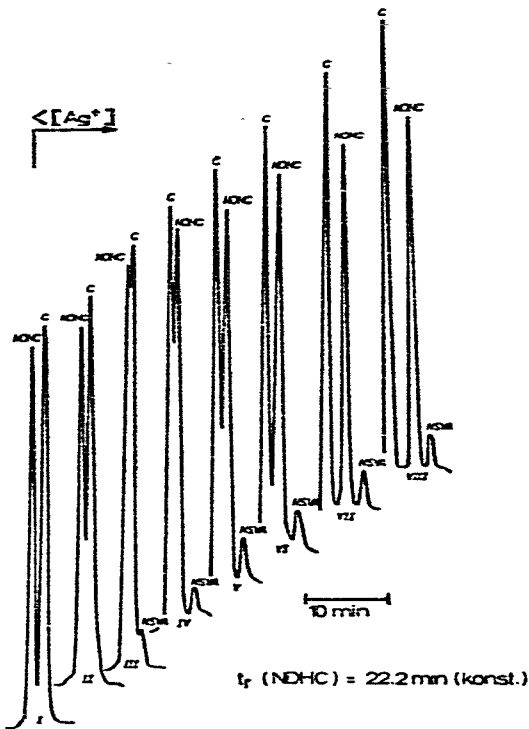


Fig. 3. Optimierung der Ag^+ -Konzentration in der mobilen Phase zur vollständigen Auftrennung von NDHC, C und NSVA; t_r (C) siehe Fig. 2; Säule, 250×4.6 mm I.D., LiChrosorb RP-8 ($7\mu\text{m}$); mobile Phase, Methanol-Wasser (53:47, v/v) + Ag^+ (vgl. Fig. 2), 2 ml/min; Temperatur 40° ; Detektion, UV 280 nm.

grosser Wahrscheinlichkeit durch zwei Umstände bedingt: (1) Bei Förderung von Methanol und Wasser über zwei getrennte Pumpen trat Mischungswärme auf, sodass die mobile Phase mit höherer Temperatur durch die Säule strömte, als es bei der Zufuhr von vorgemischtem, auf Zimmertemperatur abgekühltem Fließmittel der Fall ist. (2) Zusätzlich tritt bei der Verwendung des Zweipumpensystems im Mischer Volumskontraktion auf, was eine gegenüber der Berechnung höhere Ag^+ -Konzentration in der mobilen Phase zur Folge hat.

Durch Steigerung der Ofentemperatur auf 50° und der Ag^+ -Konzentration auf $40.6 \cdot 10^{-3} \text{ M}$ gelang die Kompensation beider Effekte. Somit lässt sich das vorgeschlagene Verfahren zur Trennung der Capsaicinoide auch mit einfachen, nur mit einer Pumpe ausgestatteten HPLC-Geräten durchführen.

Eichung mittels innerem Standard

Die Retentionszeit des bereits früher als Standard verwendeten 1,3-Dinitrobenzols⁸ wurde durch Ag^+ -Komplexierung ebenfalls stark verkürzt, wodurch bei der Analyse von Capsicum-Extrakten eine Überlappung mit Begleitstoffpeaks auftrat. Von einer Reihe geprüfter Substanzen entsprach Benzol am besten den Anforderungen bezüglich Löslichkeit, Reinheit und Lage im Chromatogramm (Fig. 5), doch erbrachte die Detektion bei 280 nm (Absorptionsmaximum der Capsaicinoide) relativ geringe

Messwerte, was eine zu grosse Fehleranfälligkeit des Verfahrens befürchten liess. Wir nahmen daher die HPLC-Bestimmung der Capsicum-Scharfstoffe durch Messung bei zwei Wellenlängen vor, indem wir den inneren Standard (Benzol) bei 254 nm und den Bereich der Capsaicinoide bei 280 nm detektierten. Die Umschaltung der Wellenlänge und Nachjustierung der Nulllinie erfolgte jeweils nach Ausdruck der Peakfläche des Benzols, wobei sich der elektronische Integrator in "Inhibit-"Position befand, um die auftretenden Störsignale zu unterdrücken (vgl. Fig. 5 und 6).

Die Ermittlung der Korrekturfaktoren bzw. Erstellung der Eichkurven erfolgte für jedes Capsaicinoid in dem Konzentrationsbereich, der bei der Analyse von Capsicum-Früchten und -Extrakten zu erwarten war. Unter Berücksichtigung der aus den Eichanalysen berechneten Standardkorrekturfaktoren ergaben sich für CSA, C, NDHC, NSVA, DHC und HDHC I + II jeweils Eichgerade, die durch den Nullpunkt verliefen (Fig. 4), womit die erforderliche Präzision der Messung gewährleistet war. Für die Berechnung des DSA-Gehaltes in Capsicum-Früchten und -Extrakten verwendeten wir den Faktor von DHC, da für die Eichung nicht genügend Reinsubstanz zur Verfügung stand.

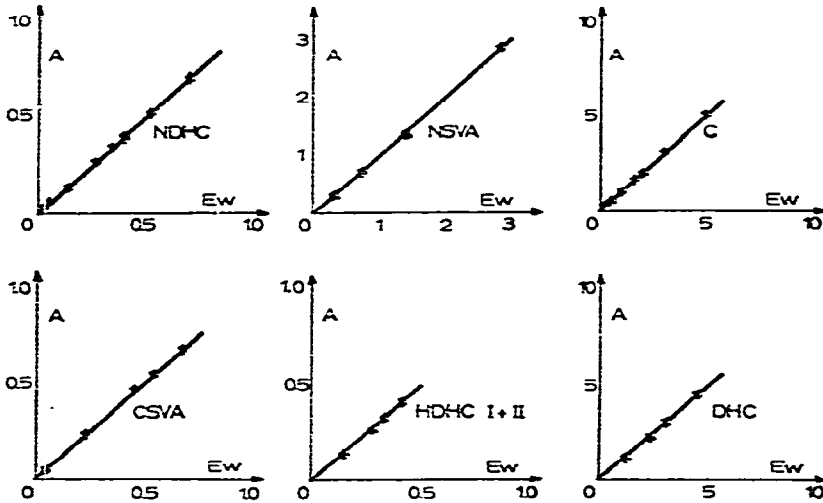


Fig. 4. Eichgeraden der Capsaicinoide unter Berücksichtigung der Korrekturfaktoren (F). E_w = Einwaage des Capsaicinoids (mg); A = mg Zuwaage (Benzol) · Fläche (Capsaicinoid) · F / Fläche (Benzol).

Nach längerem Gebrauch derselben Säule wurde eine Veränderung der Standardkorrekturfaktoren beobachtet, welche wir auf Alterung der stationären Phase zurückführten. Es erfolgte daher eine tägliche Überprüfung, wobei es sich als ausreichend erwies, jeweils den Faktor von C zu ermitteln. Die Berechnung der korrigierten Faktorwerte der anderen Capsaicinoide konnte durch Relativierung über das Verhältnis vom alten zum neuen Faktor für Capsaicin vorgenommen werden.

Probenaufbereitung

Im Gegensatz zu früheren Bestimmungsmethoden^{3,4} vereinfachte der Einsatz der HPLC die Probenaufbereitung erheblich. Capsicum-Extrakte mussten nur in

Methanol gelöst und mit innerem Standard versetzt werden. Dabei erwies es sich als zweckmässig, das Benzol mittels Hamiltonspritze zuzusetzen und die entsprechende Einwaage über die Dichte zu errechnen.

Eine Modifizierung war zur Analyse von Capsicum-Früchten nötig, da bei Zusatz des Standards vor der Heissextraktion merkliche Verluste auftraten (Flüchtigkeit des Benzols). Wir setzten daher den inneren Standard erst nach der Extraktion zu.

Nachdem das bisher zur Extraktion von Capsicum-Früchten verwendete Chloroform^{4,14,15} gleichzeitig mit Benzol eluiert wurde, bot sich nun Methanol an, welches sich in früheren Untersuchungen als gleichwertig gezeigt hatte¹⁶. Wegen der günstigen Absorptionseigenschaften der Capsaicinoide ($E_{1\text{cm}}^{1\%} = 103$ bei 280 nm) konnte der Probenbedarf pro Analyse auf 50 mg Extrakt und 0.5 g Früchte reduziert werden, was vor allem im Hinblick auf chemotaxonomische Untersuchungen, für die meist nur geringe Probenmengen zur Verfügung stehen, Bedeutung hat.

Reproduzierbarkeit

Als Mass für die Reproduzierbarkeit der Methode wurde die Nährungsstandardabweichung berechnet¹⁷, wobei wir wegen des grösseren Manipulationsaufwandes Parallelbestimmungen von *Fructus Capsici* heranzogen (Tabelle I).

TABELLE I

CAPSAICINOIDZUSAMMENSETZUNG UND GESAMTCAPSAICINOIDGEHALT EINES MUSTERS VON *FRUCTUS CAPSICI* NACH VIER UNABHÄNGIGEN AUFARBEITUNGEN UND BESTIMMUNG MITTELS Ag^+ -KOMPLEXIERUNGS-HPLC

Analyse Nr.	Anteil am Capsaicinoidgemisch (%)				Gesamtcapsaicinoidgehalt (%)
	C	NDHC	NSVA	DHC	
1	57.2	6.0	1.1	35.7	0.297
2	59.5	6.2	1.2	33.1	0.292
3	57.3	6.4	1.2	34.8	0.291
4	58.8	6.1	1.0	34.0	0.284
Mittelwerte	58.2	6.2	1.1	34.4	0.291

Es ergaben sich folgende absolute Nährungsstandardabweichungen: Gesamtcapsaicinoidgehalt $s_r = \pm 0.0046$; C $s_r = \pm 1.1$; NDHC $s_r = \pm 0.2$; NSVA $s_r = \pm 0.1$; DHC $s_r = \pm 1.1$. CSVA, DSVA und HDHC I + II waren in dieser Probe nicht nachweisbar, doch können die Werte für die Standardabweichung in der gleichen Grössenordnung angenommen werden. Das Verfahren weist somit eine für die Untersuchung biologischen Materials zufriedenstellende Reproduzierbarkeit auf.

Vergleich mit anderen Verfahren

Für die Bestimmung des NSVA-gehaltes in Capsicum-Früchten und -Extrakten stehen nunmehr drei Analysenverfahren zur Verfügung, welche neben einem sehr unterschiedlichen Manipulationsaufwand auch verschiedene Messtechniken erfordern. Wir ermittelten daher mittels Ag^+ -Komplexierungs-HPLC den Gesamt- und Einzelcapsaicinoidgehalt einiger Muster von *Fructus* und *Extractum Capsici* (Chromatogramme siehe Fig. 5 und 6) und verglichen mit den Ergebnissen aus den anderen Analysenverfahren.

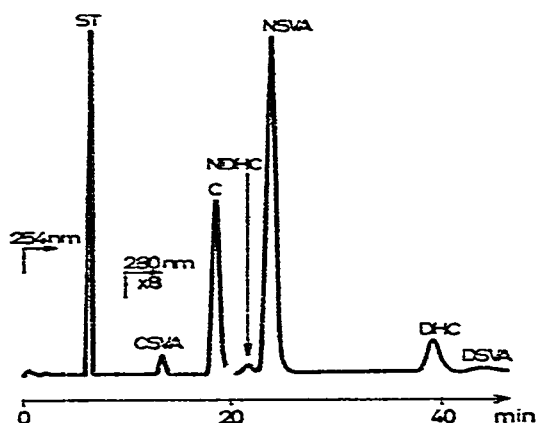


Fig. 5. Ag^+ -HPLC der Capsaicinoide eines mit NSVA verfälschten Capsicum-Extraktes. Säule, 250×4.6 mm ID., LiChrosorb RP-8 ($7 \mu\text{m}$); mobile Phase, Methanol-Wasser (53:47, v/v) + $37.4 \cdot 10^{-3}$ M Ag^+ ; 2 ml/min; Temperatur: 40° ; Detektion, UV 254 und 280 nm.

Wie Tabelle II zu entnehmen ist, ergab sich eine relativ gute Übereinstimmung der einzelnen Werte. Die Ag^+ -Komplexierungs-HPLC zeigte sich vor allem für die Bestimmung von NSVA als günstigstes Verfahren, da bei hoher Auflösung der interessanten Komponenten der Absolutgehalt und die Scharfstoffzusammensetzung gleichzeitig ermittelt werden können. Mit Verfahren B (Glaskapillar-Gaschromatographie der nach Verseifung der Capsaicinoide gewonnenen Carbonsäuremethylester) gelingt zwar zusätzlich die Erfassung von Homocapsaicin I + II und auch äusserst geringer Anteile von DSA und HDHC I + II, doch ist der Zeitbedarf pro Analyse *ca.* viermal grösser und die Bestimmung des Gesamtcapsaicinoidgehaltes nicht möglich.

Weiters zeigen die Ergebnisse, wie schon früher festgestellt²⁻⁴, dass in un-

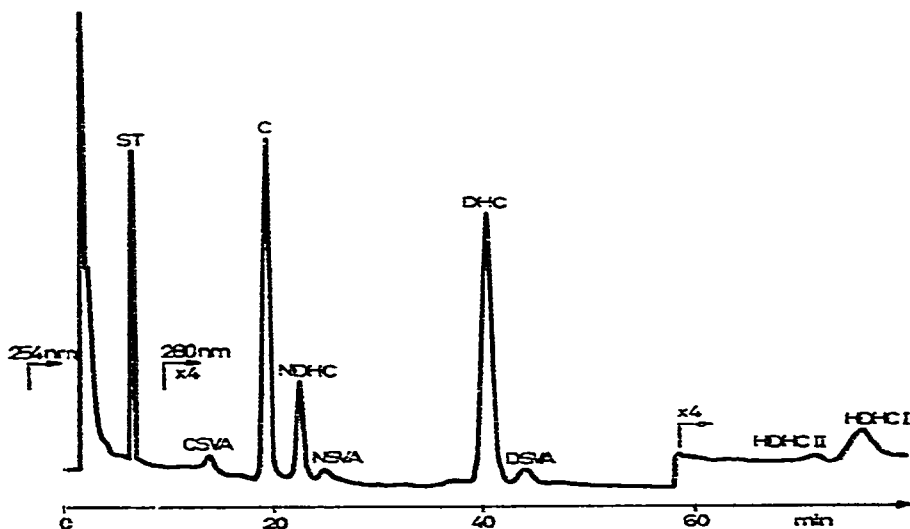


Fig. 6. Ag^+ -HPLC der Capsaicinoide aus *Fructus Capsici*; Bedingungen vgl. Fig. 5.

TABELLE II

ERGEBNISSE EINIGER ANALYSEN VON *FRUCTUS* UND *EXTRACTUM CAPSICI* MITTELS Ag^+ -KOMPLEXIERUNGS-HPLC IM VERGLEICH ZU MESSUNGEN MITTELS GASCHROMATOGRAPHISCHEN VERFAHREN

Methode: A = Dünnschicht-Chromatographie-Gas-Chromatographie (GC)-Verfahren³; B = Glaskapillar-GC der nach Verseifung der Capsaicinoide gewonnenen Carbonsäuremethylester⁴; C = Ag^+ -Komplexierungs-HPLC. Für Abkürzungen der Capsaicinoide siehe Text; HC I+II = Homocapsaicin I+II.

Probe	Methode	Anteil am Capsaicinoidgemisch (%)							Gesamtgehalt (%)	
		CSVA	NDHC	NSVA	C	DHC	DSVA	HC I+II		HDHC I+II
<i>Extrakte</i>										
1	A	1	1	40	43	15	—	—	—	3.2
	B	0.7	2.0	36.3	43.0	16.7	1.4	—	—	—
	C	3.8	1.0	36.9	46.1	11.4	—	—	0.9	3.22
2	A	1	—	63	25	11	—	—	—	6.5
	B	0.7	1.5	53.3	31.0	11.1	1.9	0.3	0.3	—
	C	3.8	0.6	51.6	32.8	9.2	—	—	1.9	7.72
3	A	1	3	31	48	16	—	—	—	2.6
	B	0.2	1.4	22.0	55.1	18.6	1.5	1.0	0.3	—
	C	1.9	1.3	29.6	49.7	16.2	—	—	1.3	3.08
<i>Früchte</i>										
1	A	—	7.9	—	65.1	26.3	—	—	—	0.19
	B	—	3.5	1.3	64.9	29.5	0.9	—	—	—
	C	—	7.8	—	67.4	24.7	—	—	—	0.193
2	A	—	11.1	—	47.2	41.7	—	—	—	1.2
	B	0.6	13.9	0.7	49.7	34.5	0.6	—	—	—
	C	0.8	8.6	1.1	51.4	34.0	—	—	3.9	1.15

verfälschten Capsicum-Früchten nur geringe Anteile von NSVA am Scharfstoffgemisch vorliegen, während die hier untersuchten Extrakte, die aus dem Handel stammen, sehr hohe Anteile dieser Komponente aufwiesen. Es handelte sich dabei offensichtlich um Zusätze der synthetisch hergestellten Substanz, welche nicht entsprechend deklariert waren. Das neue HPLC-Verfahren ermöglicht somit die für die Qualitätskontrolle notwendige rasche und genaue Analyse des Capsaicinoidgehaltes und der Scharfstoffzusammensetzung in Capsicum-Früchten und -Extrakten.

ZUSAMMENFASSUNG

Ein neues Verfahren ermöglicht nunmehr auch die rasche Bestimmung von Nonylsäurevanillylamid in Scharfstoffgemischen von Capsicum-Früchten und -Extrakten mittels "reversed-phase" Hochleistungs-Flüssig-Chromatographie. Das kritische Paar Capsaicin/Nonylsäurevanillylamid kann durch Zusatz von Ag^+ zur mobilen Phase aufgetrennt werden, da die Retentionszeit des in der Seitenkette ungesättigten Capsaicins durch Ag^+ -Komplexierung selektiv verkürzt wird. Mittels innerem Standard (Benzol) und durch Detektion bei zwei Wellenlängen (Capsaicinoide, 280 nm; Standard, 254 nm) wird auch die Erfassung von Caprylsäurevanillylamid, Nordihydrocapsaicin, Dihydrocapsaicin, Decylsäurevanillylamid und Homodihydrocapsaicin I + II und damit gleichzeitig die Bestimmung des Gesamtcap-

saicinoidgehaltes ermöglicht. Die neue Methode zeigt sich hinsichtlich Genauigkeit und Präzision den bisher verwendeten gaschromatographischen Verfahren zumindest gleichwertig, erfordert aber einen wesentlich geringeren Zeit- und Manipulationsaufwand, woraus sich eine besondere Eignung für die Qualitätskontrolle ergibt.

LITERATUR

- 1 J.-U. Salzer, *Int. Flavours*, 6 (1975) 9.
- 2 J. Jurenitsch, W. Kubelka und K. Jentzsch, *Planta Med.*, 35 (1979) 174.
- 3 J. Jurenitsch, *Sci. Pharm.*, 47 (1979) 31.
- 4 J. Jurenitsch und R. Leinmüller, *J. Chromatogr.*, 189 (1980) 389.
- 5 J. Jurenitsch, M. David, F. Heresch und W. Kubelka, *Planta Med.*, 36 (1979) 61.
- 6 F. Heresch und J. Jurenitsch, *Chromatographia*, 12 (1979) 647.
- 7 O. Sticher, F. Soldati und R. K. Joshi, *J. Chromatogr.*, 166 (1978) 221.
- 8 J. Jurenitsch, E. Bingler, H. Becker und W. Kubelka, *Planta Med.*, 36 (1979) 54.
- 9 S. Kosuge und M. Furuta, *Agr. Biol. Chem.*, 34 (1970) 248.
- 10 P. Todd, Jr., M. Bensinger und T. Biftu, *J. Chromatogr. Sci.*, 13 (1975) 577.
- 11 G. Schomburg und K. Zegarski, *J. Chromatogr.*, 114 (1975) 174.
- 12 B. Vonach und G. Schomburg, *J. Chromatogr.*, 149 (1978) 417.
- 13 R. J. Tscherne und G. Capitano, *J. Chromatogr.*, 136 (1977) 337.
- 14 J. Jurenitsch, W. Kubelka und K. Jentzsch, *Sci. Pharm.*, 46 (1978) 307.
- 15 K. Jentzsch, W. Kubelka und H. Pock, *Sci. Pharm.*, 37 (1969) 153.
- 16 H. Pock, *Dissertation*, Universität Wien, Wien, 1969.
- 17 R. Kaiser und G. Gottschalk, *Elementare Tests zur Beurteilung von Messdaten*, Hochschultaschenbuch Nr. 774, Bibliographisches Institut, Mannheim, Wien, Zürich, 1972.