

FTIR-Zitronenpresse entlockt den Zitrusduft

Einfach-Reflexionseinheit und FTIR-Spektrophotometer

Shimadzu Europa GmbH, Duisburg, Deutschland, www.shimadzu.eu

Polymere, Pulver und andere technische Materialien werden seit längerem erfolgreich mit Einfach-Reflexionseinheiten analysiert. Aber wie steht es mit der Oberflächenanalyse einer Frucht? Das zeigt das folgende Experiment mit einer Zitrone. Betastet man die Zitrone mit den hochempfindlichen Fingerkuppen, fühlt man deutlich die Wachsschicht auf der Zitrone. Wachs ist die natürliche Schutzschicht, die die Zitrone gegen Verdunstung schützt.

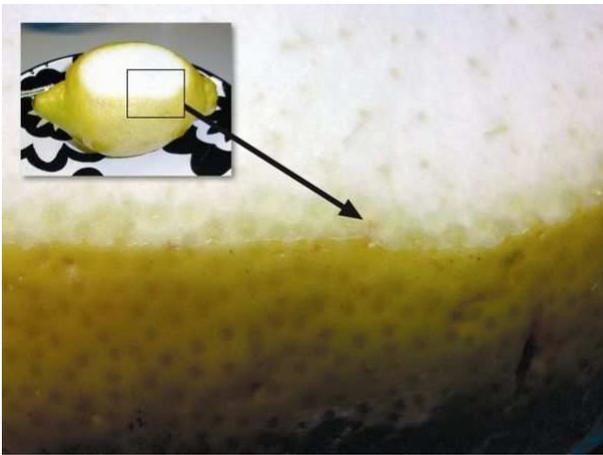


Abbildung 1: Schnitt durch eine Zitrone.

In Abbildung 1 wurden die gelbe und weiße Fläche der Zitrone mit Infrarot-Spektroskopie untersucht. Die Vergrößerung der Abbildung zeigt einen Teil der Zellstruktur, wobei etwas Flüssigkeit an der Schnittkante zwischen gelber und weißer Schicht zu erkennen ist.

Die Untersuchung der äußersten Oberfläche der Zitrone, des Exocarp, ist nicht einfach, da die Zitrone bereits bei starker Berührung ihre Duftstoffe separiert. Zudem bildet sich ein öliger Film auf der Schale. Die komplette gelbe Oberfläche, das Flavedo, besteht hauptsächlich aus Zellulose, essentiellen Ölen, Wachs, Pigmenten, Limonenen und anderen Komponenten.

Mit der FTIR-Spektroskopie ist es möglich, ohne großen Aufwand einen Schnitt der Zitrone zu analysieren. Mit unterschiedlichen Anpressdrücken wurde versucht, die Effekte der Oberfläche einzufangen.

Die Oberflächenanalyse wurde mit der Messeinheit Silver Gate™ Evolution von Specac durchgeführt. Sie ist mit einem ZnSe-Kristall als optisches Element für die Reflexion ausgerüstet. Die Messfläche der Probe beträgt ungefähr 7mm. Die Messtechnik erlaubt eine Eindringung der Strahlung von ca. 2µm in die Probenoberfläche.

Bei der ATR-Technik wird die Wärmestrahlung des Infrarot-Bereichs in das optische Element gesendet, von dort in einem definierten Winkel in einer Einfach-Reflexion auf die Probe geschickt, die die Strahlung absorbiert und reflektiert und sie zum Detektor zurückführt.

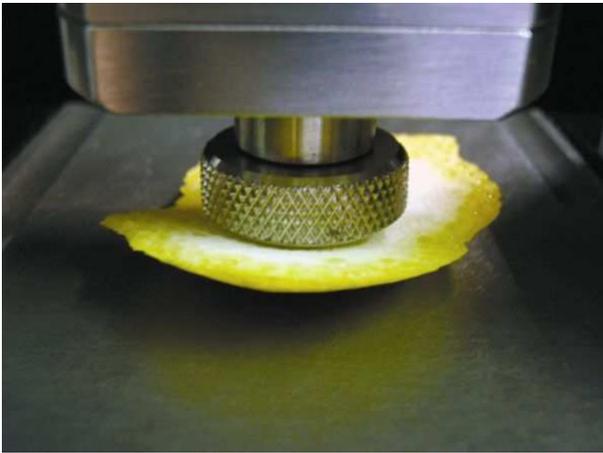


Abbildung 2: Ein Zitronenschnitt eingespannt in einer Silver Gate™.

Abbildung 3 zeigt das Ergebnis der Messung des Zitronenschnitts von der gelben Seite. Das Infrarotspektrum weist Signale von Ölen, Wachs, Wasser und Zellulose auf. Nach dem Entfernen der Zitrone blieb auf der Oberfläche des optischen Elements eine ölige Phase zurück. Diese wurde ebenfalls mit dem mittleren Infrarot gemessen (Abbildung 4). Das erhaltene Spektrum wurde in einer Datenbank gesucht und ein Treffer ist der Citronellal-Ester.

Spektrum	Wellenzahl [cm ⁻¹]	Zuordnung
Zitronenschnitt	720	Wachs
	1462	Wachs
	~1740	Wachs
Ölige Phase	~1740	Citronellal Ester
	1438	Citronellal Ester
	1370	Citronellal Ester
	1235	Citronellal Ester
	1154	Citronellal Ester
In allen Spektren	881	Anorganisch (X) wie z.B. Phosphor basierende Salze, X-OH, X-O

Tabelle 1: Zuordnung der Banden

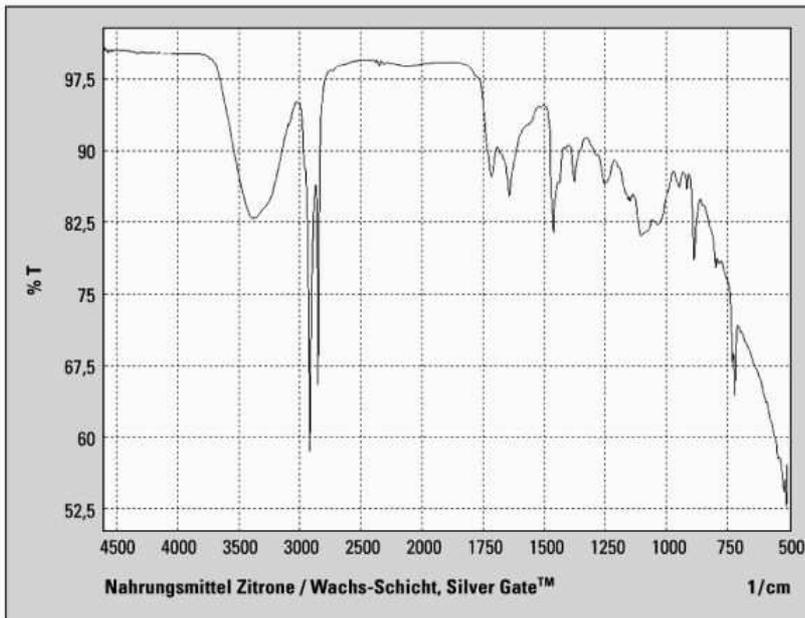


Abbildung 3: Infrarotspektrum eines Zitronenschnittes gemessen mit einer ATR Einfach-Reflexionseinheit.

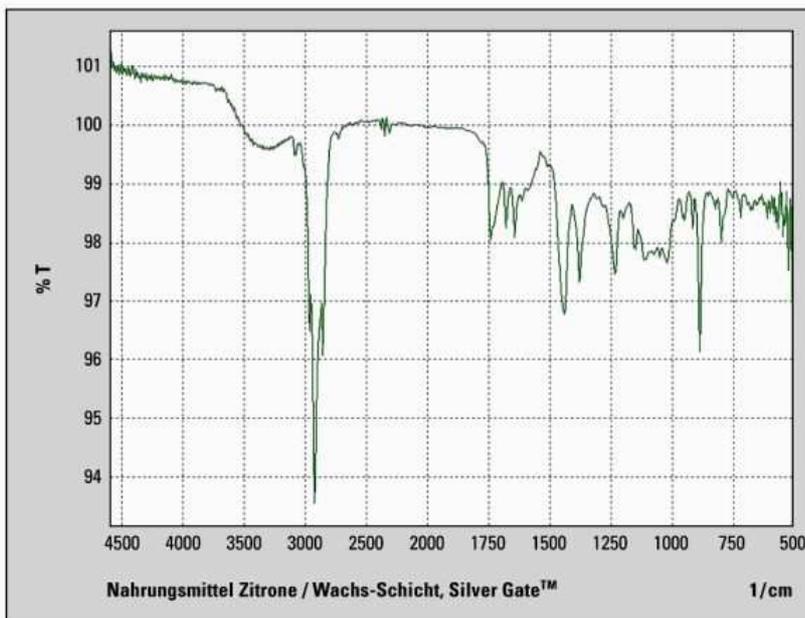


Abbildung 4: Mittleres Infrarotspektrum einer öligen Phase erzeugt aus einem Zitronenschnitt.

Dieses Experiment lässt sich mit verschiedenen Anpressdrücken wiederholen. Je nach Druck auf die Oberfläche reichert sich das Infrarotspektrum um weitere Inhaltsstoffe an. Auf diese Weise kann die Struktur der Flavedo gemessen werden.

Die Abbildung 5 zeigt die Auswirkung des Drucks auf die Zunahme und Abnahme von Signalen im Infrarotspektrum. Bei kleinem Anpressdruck entwickelt sich ein dünner Ölfilm zwischen dem optischen Element und der Zitronenschale. Wird der Druck erhöht, weicht der Ölfilm und die Zellulose und andere Inhaltsstoffe der Schale werden sichtbar. Das Signal bei 880 cm^{-1} wächst bei

dieser Prozedur stark. Konzentriert man sich bei der Bibliothekssuche auf dieses Signal, erhält man Hinweise auf phosphorhaltige Salze. In der Literatur findet dies seine Bestätigung.

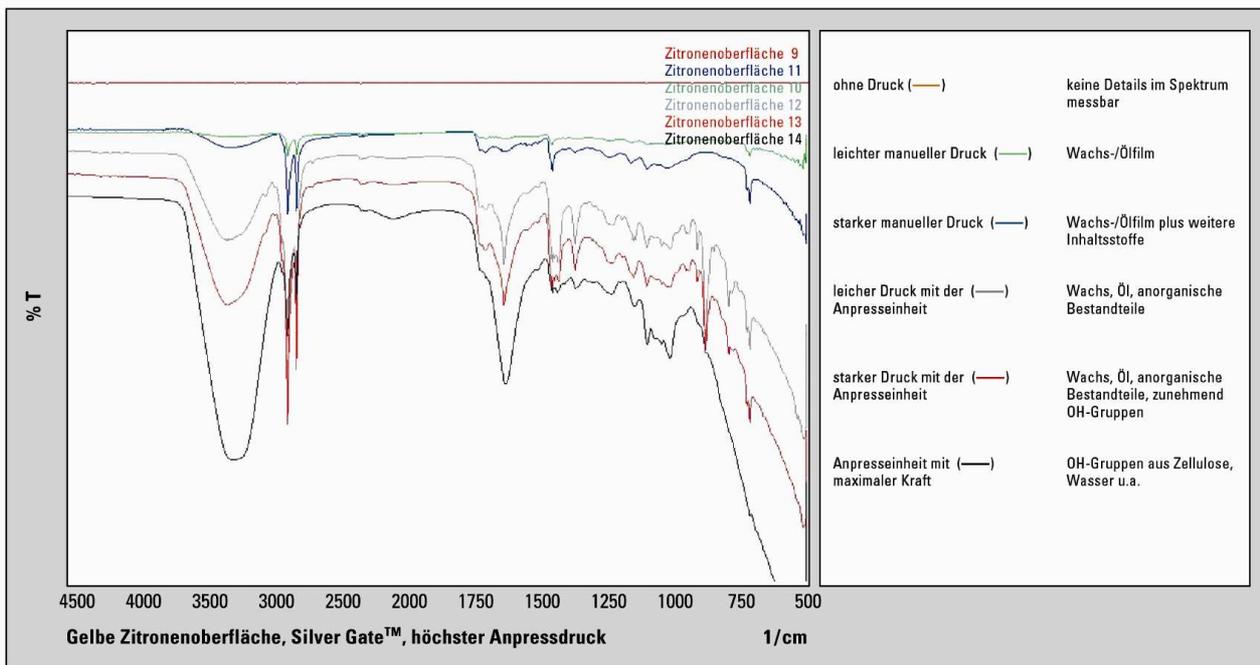


Abbildung 5: Infrarotspektren gemessen von der Zitronenoberfläche unter Einsatz verschiedener Anpressdrücke der ATR Einfach-Reflexionseinheit



Abbildung 6: IRAffinity-1