

R. Galensa, U. Engelhardt,
M. Bahadir, H. Böhm

Lebensmittel- und Umweltanalytik mit der HPLC

Tips, Tricks und Beispiele für die Praxis



Weinheim • New York • Basel • Cambridge • Tokyo

Inhaltsverzeichnis

Abkürzungen, Akronyme, Begriffe	XIII
1 Gefahrstoffverordnung und Arbeitssicherheit	1
1.1 Einleitung	1
1.2 Gefahrstoffverordnung (GefStoffV).	2
1.3 Aufbau eines Chemikalienkatasters.	4
1.4 Prüfung des Einsatzes alternativer Arbeitsweisen und Ersatzstoffe.	5
1.5 Gefahren bei der Untersuchung von Proben	7
1.6 Allgemeine Laboranweisungen	9
1.7 MAK-, BAT- und TRK-Werte, Auslöseschwellen.	11
1.8 Gefahrensymbole und R/S-Sätze.	13
1.9 Reduzierung der Schadstoffbelastung in Abwasser und Abluft	18
1.10 VW (Vermeiden, Vermindern, Verwerten) von Laborabfällen und Lösungsmittelrückgewinnung	19
Literatur.	22
2 Theoretischer Teil	23
2.1 Anwendungsbezogene theoretische Aspekte der Chromatographie.	23
2.1.1 Chromatographische Kenngrößen	23
2.1.2 Diffusionseffekte, Bandenverbreiterung	26
2.1.3 Van Deemter-Kurve.	26
2.1.4 Bandenverbreiterung außerhalb der Trennsäule.	28
2.2 Verschiedene Kombinationsmöglichkeiten in der HPLC	29
2.2.1 Normalphasen- und Reversed-Phase-HPLC.	29
2.2.2 Ionenchromatographie (IC).	31
2.2.2.1 Ionenaustausch-Chromatographie (HPIC).	31
2.2.2.2 Ionenausschluß-Chromatographie (HPICE).	34
2.2.2.3 Ionenpaar-Chromatographie (MPIC/RPIPC).	35
2.2.2.4 Detektoren für die Ionenchromatographie.	36
2.2.3 HPLC-Biosensor(Enzymreaktor)-Kopplungen.	37
2.2.4 LC-GC-Kopplungen.	39
2.2.5 HPLC-MS-Kopplungen.	41
Literatur.	49

3	Komplementärmethoden	51
3.1	Automatische Mehrfachentwicklung bei der DC	51
3.2	Capillar-Elektrophorese	53
3.3	Supercritical Fluid Chromatography (SFC)	60
	Literatur	63
4	Module	65
4.1	Pumpen	65
4.2	Gradientensystemc	71
4.3	Probenaufgabe	74
4.3.1	Manuelle Injektion	74
4.3.2	Automatische Injektion	75
4.3.3	Microboretechnik - Präparatives Arbeiten	76
4.4	Trennsäulen	76
4.5	Phasenmaterialien	78
4.6	Detektoren	80
4.6.1	UV/VIS-Detektoren	82
4.6.2	Dioden-Array-Detektoren	85
4.6.3	Brechungsindex-Detektoren (RI-Detektoren)	88
4.6.4	Elektrochemische Detektoren (ELCD)	90
4.6.5	Fluoreszenz-Detektoren (FLD)	92
4.7	Fittings, Verschraubungen, Verbindungsleitungen	95
4.8	Fließmittel	99
4.9	Datenauswertung	106
	Literatur	107
5	Fehlermöglichkeiten und Fehlerbehebung (Troubleshooting)	109
6	HPLC-Applikationen	115
6.1	Validierung von Methoden	115
6.2	Probenvorbereitung mittels Festphasenextraktion	118
	Literatur	120
7	HPLC-Applikationen aus dem Lebensmittelbereich	121
7.1	Bestimmung von Flavonolglykosiden in Tee und Teeprodukten oder ähnlichen Erzeugnissen	121
7.2	Bestimmung von Catechinen und Alkaloiden in Tee oder ähnlichen Erzeugnissen	125
7.3	Nachweis von Sulfonamiden, N4-Acetylm metaboliten, Chloramphenicol und Nicarbazin in Fleisch und Innereien	129
7.4	Bestimmung von Rückständen von Oxytetracyclin, Tetracyclin und Chlortetracyclin in Muskulatur und Niere	136

7.5	Bestimmung von diarrhetic shellfish poisoning in marinen Lebensmitteln	142
7.6	Bestimmung von Konservierungsstoffen in Lebensmitteln und Kosmetika	146
7.7	Nachweis eines Grapefruitzusatzes zu Orangensaft	151
7.8	Bestimmung von schwefliger Säure in Bier und anderen Getränken mittels HPLC-Biosensorkopplung	155
7.9	Bestimmung von Süßstoffen	159
7.10	Nachweis von Mais und Hirse als Malzersatzstoff in Bier	162
7.11	Bestimmung von Kohlenhydraten durch Benzoylierung	166
7.12	HPLC-Untersuchungen über Chlorogensäurelactone in Röstkaffee.	171
	Literatur.	176
8	Zusammenstellung einiger amtlicher Methoden	179
8.1	Amtliche Methodensammlung nach §35 LMBG.	179
8.2	AOAC-Methodensammlung.	180
8.3	Schweizerisches Lebensmittelbuch.	183
9	HPLC-Applikationen aus dem Umweltbereich	185
9.1	Bestimmung von Nitrophenolen in Regenwasser.	185
9.2	Bestimmung von Sprengstoff-Rückständen in Oberflächengewässern und Grundwasser.	190
9.3	Bestimmung von Triazin-Herbiziden in Grund- und Trinkwasser	194
9.4	Bestimmung von Pflanzenschutzmitteln (PSM) in Trinkwasser mittels HPLC-MS.	198
9.5	Bestimmung von polycyclischen aromatischen Kohlenwasserstoffen (PAH) nach Trinkwasserverordnung (TVO) in Grund- und Rohwasser.	203
9.6	Bestimmung von Anionen in Deponiesickerwässern.	207
9.7	Bestimmung von Anionentensiden in Klärschlämmen	211
9.8	Bestimmung von Phenylharnstoff-Herbiziden in Eluaten aus Bodenproben.	216
9.9	Bestimmung von 16 polycyclischen aromatischen Kohlenwasserstoffen (PAH) nach USEPA in Bodenproben	222
9.10	Bestimmung von Aldehyden und Ketonen in Dieselmotoremissionen.	228
9.11	Bestimmung von polycyclischen aromatischen Kohlenwasserstoffen (PAH) in Dieselmotoremissionen	233
	Literatur.	238
	Weiterführende Literatur.	241
	Sachregister.	243