

Lebensmittel- und Umweltanalytik anorganischer Spurenbestandteile

Tips, Tricks und Beispiele für die Praxis

Herausgegeben von
Lothar Matter



Weinheim · New York
Basel · Cambridge · Tokyo

Inhalt

1	Spurenelementanalytik in biologischen Matrices	
	<i>Lothar Matter</i>	1
1.1	Einleitung	1
1.2	Probennahme	3
1.3	Probenvorbereitung	3
1.3.1	Homogenisation	3
1.4	Aufschlußverfahren	4
1.5	Empfehlungen des Bundesgesundheitsamtes	7
1.5.1	Obst und Gemüse	7
1.5.2	Innereien von Wild	7
1.5.3	Innereien älterer Schlachttiere	8
1.5.4	Wildpilze	8
1.6	Literatur	8
2	Atomemissions- und Massenspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma (ICP)	
	<i>Peter Fecher</i>	11
2.1	Einleitung	11
2.2	Grundlagen	11
2.2.1	Induktiv gekoppeltes Plasma	11
2.2.2	Probenezuführung	12
2.2.3	Detektionsarten	13
2.2.3.1	Atomemissionsspektrometrie	13
2.2.3.2	Massenspektrometrie	14
2.3	Anwendungsbeispiele	16
2.3.1	ICP-Atomemissionsspektrometrie	16
2.3.1.1	Anwendungen bei Lebensmitteln und Bedarfsgegenständen	16
2.3.1.1.1	Beschwerdeproben	18
2.3.1.1.2	Bedarfsgegenstände	19

2.3.1.1.3	Trinkwasser	21
2.3.1.1.4	Lebensmittel	22
2.3.1.2	Störungsmöglichkeiten bei der ICP-AES	23
2.3.1.2.1	Zerstäubungseffekt	23
2.3.1.2.2	Linieninterferenzen	25
2.3.1.2.3	Richtigkeit der Meßergebnisse	26
2.3.2	ICP-Massenspektrometrie	27
2.3.2.1	Anwendungen bei Lebensmitteln und Bedarfsgegenständen	27
2.3.2.1.1	Trinkwasser	28
2.3.2.1.2	Lebensmittel	31
2.3.2.1.3	Bedarfsgegenstände	34
2.3.2.2	Störungsmöglichkeiten bei der ICP-MS	35
2.3.2.2.1	Masseninterferenzen	35
2.3.2.2.2	Kontaminationen	37
2.3.2.2.3	Richtigkeit der Meßergebnisse	38
2.4	Vergleich mit anderen Methoden	40
2.5	Literatur	42
3	Elektrochemische Spurenanalytik	
	<i>Peter Ostapczuk</i>	45
3.1	Grundlagen der elektroanalytischen Methoden	45
3.1.1	Polarographie	46
3.1.2	Inverse Voltammetrie	49
3.1.3	„Cathodic stripping“ Voltammetrie	50
3.1.4	Potentiometrische „stripping“-Analyse	52
3.1.5	„Constant current“ Potentiometrie	53
3.2	Probennahme	54
3.3	Homogenisierung	55
3.4	Aufschlußmethoden	56
3.4.1	UV-Aufschluß	57
3.4.2	Offener Naßaufschluß	57
3.4.3	Wickbold-Apparatur	57
3.4.4	Kalt-Plasma-Veraschung	58
3.4.5	Trace-O-Mat	58
3.4.6	Sauerstoffbomben	59
3.4.7	Druckaufschluß	59
3.4.7.1	Aufschluß in PTFE-Bomben	59
3.4.7.2	Hochdruckverascher	59
3.4.7.3	Mikrowellenaufschluß	60

3.5	Elektrochemische Bestimmung	60
3.5.1	Bestimmung der amalgambildenden Metalle	60
3.5.1.1	Zink	61
3.5.1.2	Cadmium und Blei	61
3.5.1.3	Kupfer und Wismut	62
3.5.1.4	Thallium	62
3.5.2	Bestimmung nicht amalgambildender Metalle und Metalloide....	63
3.5.2.1	Quecksilber	65
3.5.2.2	Arsen	65
3.5.2.3	Nickel und Cobalt	65
3.6	Beispiele für Ergebnisse	66
3.6.1	Flüssige Lebensmittel	66
3.6.2	Konserven	72
3.6.3	Feste Lebensmittel	73
3.7	Schlußfolgerungen	75
3.8	Literatur	76
4	Ionenchromatographie	
	<i>Alice Stelz</i>	77
4.1	Einleitung	77
4.2	Gerätetechnik, Trennung und Detektion in der Ionenchromatographie	78
4.2.1	Der Ionenchromatograph	78
4.2.2	Trennmechanismen	80
4.2.2.1	Ionenaustauschchromatographie	81
4.2.2.2	Ionenausschlußchromatographie	82
4.2.2.3	Ionenpaarchromatographie	82
4.2.3	Detektoren	83
4.2.3.1	Elektrochemische Detektoren	84
4.2.3.1.1	Leitfähigkeitsdetektor	84
4.2.3.1.2	Amperometrischer Detektor	85
4.2.3.2	Spektroskopische Detektoren	86
4.2.3.2.1	Spektralphotometer – UV-Detektor	86
4.2.3.2.2	Spektralphotometer – VIS-Detektor	87
4.2.3.3	Ionenspezifische Detektoren	87
4.2.4	Signalverarbeitung und Auswertung	87
4.3	Ionenchromatographische Trennung und Detektion anorganischer Ionen	88
4.3.1	Kationen	88

4.3.2	Anionen	97
4.4	Anwendungen in der Lebensmittelanalytik	99
4.4.1	Vorbemerkung	99
4.4.2	Voraussetzungen für die ionenchromatographische Analyse	100
4.4.3	Probenvorbereitung	101
4.4.3.1	Filtration	101
4.4.3.2	Lösen, Extrahieren	102
4.4.3.3	Verdünnen	102
4.4.3.4	Aufschließen	102
4.4.3.5	Veraschen	103
4.4.3.6	Selektive Entfernung von störenden Stoffen	103
4.4.3.7	Selektive Anreicherung von Analytionen	103
4.4.4	Anwendung der IC bei Lebensmitteln	104
4.4.4.1	Trink-, Tafel- und Mineralwasser	104
4.4.4.1.1	Anionen	104
4.4.4.1.2	Kationen	106
4.4.4.2	Alkoholfreie und alkoholische Getränke	107
4.4.4.3	Salat, Gemüse, Obst, Gemüse- und Obstsaft	109
4.4.4.4	Speisesalz	111
4.4.4.5	Milch und Milcherzeugnisse	112
4.4.4.6	Fleisch und Fleischerzeugnisse	112
4.4.4.7	Sonstige Anwendungen	114
4.5	Auswahl eines geeigneten Trennsystems	114
4.6	Literatur	115
5	Bestimmung von Arsen und Methylquecksilber	
	<i>Markus Stoepler</i>	117
5.1	Einleitung	117
5.2	Arsen in der Umwelt	118
5.2.1	Eigenschaften und Vorkommen	118
5.2.2	Umwandlungen, Toxizität, Umweltgefährdung	123
5.2.3	Analytik	124
5.2.3.1	Probennahme und Probenlagerung	125
5.2.3.2	Aufschluß	125
5.2.3.2.1	Aufschluß im geschlossenen System	126
5.2.3.2.2	Aufschluß im Analysensystem	127
5.2.3.2.3	Solubilisierung	127
5.2.3.3	Bestimmungsmethoden	127
5.2.3.3.1	Graphitrohröfen-(elektrothermale)AAS	128
5.2.3.3.2	Hydrid-AAS	129

5.2.3.4	Ermittlung der Verbindungsform.....	130
5.2.3.4.1	Einfache AAS-Methoden	130
5.2.3.4.2	Methodenkombinationen.....	131
5.3	Quecksilber und Methylquecksilber in der Umwelt	132
5.3.1	Eigenschaften und Vorkommen	132
5.3.2	Toxizität, Umweltgefährdung, Umwandlung	133
5.3.3	Analytik	136
5.3.3.1	Probennahme und Probenlagerung	136
5.3.3.2	Probenvorbereitung	137
5.3.3.3	Bestimmungsmethoden	137
5.3.3.4	Abtrennung und Bestimmung von Methylquecksilber	138
5.3.3.4.1	Trennung auf der Basis des Methylquecksilberions	138
5.3.3.4.2	Alkylierung	140
5.4	Qualitätskontrolle und Referenzmaterialien	142
5.5	Literatur	142
6	Die Ableitung von Nachweis- und Bestimmungsgrenze nach dem Eichkurvenverfahren	
	<i>Johannes Hädrich</i>	149
6.1	Einleitung	149
6.2	Material und Methoden	150
6.2.1	Untersuchungsumfang	150
6.2.2	Probenvorbereitung, Aufschluß und Messung	150
6.3	Ableitung von <i>NG</i> und <i>BG</i> nach dem DFG-Konzept	151
6.3.1	Vorbemerkungen	151
6.3.2	Kalibriergerade mit Prognoseintervall	152
6.3.3	Ermittlung der Nachweisgrenze NG_{DFG}	153
6.3.4	Ermittlung der Bestimmungsgrenze BG_{DFG}	153
6.4	Alternativen für die Ableitung von <i>NG</i> und <i>BG</i>	154
6.4.1	Nachweisgrenzen	154
6.4.2	Bestimmungsgrenzen	155
6.5	Dotierungsexperimente	155
6.6	Ergebnisse und Diskussion	157
6.6.1	Ergebnisse der Dotierungsexperimente	157
6.6.2	Die Parameter der Regressionsgeraden	157
6.6.3	Die Nachweis- und Bestimmungsgrenzen NG_{DFG} und BG_{DFG}	159
6.6.4	Vergleich von NG_{DFG} und BG_{DFG} mit den nach alternativen Konzepten abgeleiteten Nachweis- und Bestimmungsgrenzen	159
6.6.4.1	Nachweisgrenzen	161

XVI Inhalt

6.6.4.2	Bestimmungsgrenzen	162
6.6.5	Konsequenzen für die Beurteilung von Probenmaterial im Rahmen der amtlichen Rückstandsüberwachung	163
6.6.6	Zeitaufwand	163
6.7	Zusammenfassung	164
6.8	Literatur	165
Register	167