

Lebensmittel- und Umweltanalytik mit der Spektrometrie

Tips, Tricks und Beispiele für die Praxis

Herausgegeben von
Lothar Matter



Weinheim · New York
Basel · Cambridge · Tokyo

Inhalt

1	Atomabsorptionsspektrometrie	
	<i>Gerhard Schlemmer</i>	1
1.1	Grundlagen	1
1.1.1	Einleitung	1
1.1.2	Meßprinzip	2
1.1.3	Meßkorrekturen	3
1.1.4	Kalibrierung	7
1.1.5	Kenngrößen zur Meßqualität	9
1.2	Atomisierungseinrichtungen und ihre Eigenschaften	11
1.2.1	Einleitung	11
1.2.2	Flamme	11
1.2.3	Elektrothermische Atomisierung	14
1.2.4	Hydrid/Kaltdampftechnik	18
1.3	Probeneingabeverfahren	20
1.3.1	Probengeber	20
1.3.2	Fließsysteme	21
1.3.3	Feststoffeingabe	22
1.3.4	Slurry-Technik	24
1.3.5	Analytanreicherung/Matrixabtrennung	26
1.4	Methodisches Arbeiten mit der Flamme	27
1.4.1	Arbeitsbereich und Reproduzierbarkeit	27
1.4.2	Störungen	30
1.4.3	Chemische Modifikation	32
1.4.4	Methodenoptimierung	32
1.5	Methodisches Arbeiten mit dem Graphitrohrofen	36
1.5.1	Arbeitsbereich und Reproduzierbarkeit	36
1.5.2	Störungen/Interferenzen	38
1.5.3	Chemische Modifikation	40
1.5.4	Methodenoptimierung	41
1.5.4.1	Grundlegende Parameter (Gerätevalidierung)	41
1.5.4.2	Trocknung	43
1.5.4.3	Pyrolyse	44
1.5.4.4	Atomisierung	45

VIII Inhalt

1.6	Methodisches Arbeiten mit der Hydrid/Kaltdampftechnik	48
1.6.1	Arbeitsbereich und Reproduzierbarkeit	48
1.6.2	Störungen	51
1.6.3	Methodenoptimierung	53
1.7	Trends in der Atomabsorptionsspektrometrie	54
1.7.1	Koppelverfahren	55
1.7.2	Halbleitertechnik	56
1.7.3	Polychromatoren	58
1.8	Literatur	59

2 ICP-OES und ICP-MS

	<i>Peter Fecher</i>	63
2.1	Einleitung	63
2.2	Instrumentarium	63
2.2.1	Das induktiv gekoppelte Plasma	63
2.2.2	Probenzuführung	66
2.2.2.1	Pneumatische Zerstäuber	66
2.2.2.2	Zerstäubersysteme mit erhöhter Empfindlichkeitsausnutzung	69
2.2.2.3	Zerstäuber mit niedrigem Probenverbrauch	72
2.2.3	Atomemissionsspektrometrie (AES, OES)	74
2.2.3.1	Linearer Bereich	76
2.2.3.2	Liniенstörungen	77
2.2.4	Massenspektrometrie	79
2.2.4.1	Störungen	82
2.2.4.2	Scan- und Peakjump-Meßarten	87
2.3	Anwendungsbeispiele	89
2.3.1	Beschwerdeproben	90
2.3.2	Lebensmittel	90
2.3.3	Bedarfsgegenstände	95
2.3.4	Umweltproben	98
2.4	Qualitätssicherung	100
2.4.1	Stabilität von Standard- und Meßlösungen	100
2.4.2	Gerätestabilität	103
2.4.3	Richtigkeitskontrolle	105
2.5	Ausblick	108
2.6	Literatur	109

3	UV-VIS-Spektrometrie	
	<i>Heinz-Dieter Winkeler</i>	111
3.1	Einführung	111
3.1.1	Die Wechselwirkung elektromagnetischer Strahlung mit organischen Molekülen	112
3.1.2	Definitionen	114
3.2	Qualitative US/VIS-Spektrometrie	116
3.2.1	US/VIS-Spektren	117
3.3	Quantitative UV-Spektroskopie (Photometrie)	119
3.3.1	Bouguer-Lambertsches Absorptionsgesetz	119
3.3.2	Beersches Gesetz	119
3.3.3	Bouguer-Lambert-Beersches Gesetz	120
3.3.4	Bestimmung des Extinktionskoeffizienten	122
3.3.5	UV/VIS-Spektrometer	123
3.3.6	Abweichungen vom Bouguer-Lambert-Beerschen Gesetz	124
3.3.6.1	Chemische Abweichungen	125
3.3.6.2	Medium- und Lösungsmittelleffekte	125
3.3.6.3	Instrumentelle Abweichungen	125
3.4	Gehaltsbestimmung mittels UV/VIS-Spektrometrie	127
3.4.1	Spektrophotometrische Gehaltsbestimmungen	127
3.4.1.1	Gehaltsbestimmung unter Verwendung des Bouguer-Lambert-Beerschen Gesetzes	127
3.4.1.2	Gehaltsbestimmung mittels einer Referenzlösung	128
3.4.1.3	Gehaltsbestimmung über Kalibriergeraden oder Kalibrierfunktionen	128
3.4.1.3.1	Vorgehensweise beim Arbeiten mit Kalibriergeraden	128
3.4.1.3.2	Vorgehensweise beim Arbeiten mit einer Kalibrierfunktion	129
3.4.2	Computerunterstützte Auswertung von Meßwerten	130
3.4.3	Durchführung von Analysenverfahren	131
3.5	Applikation im Lebensmittelbereich (Bestimmung von Hydroxyprolin)	132
3.5.1	Kurzbeschreibung	132
3.5.2	Chemikalien	132
3.5.3	Geräte und Hilfsmittel	133
3.5.4	Probennahme	134
3.5.5	Durchführung	134
3.5.5.1	Vorbereitung der Probe	134
3.5.5.2	Bestimmung	134
3.5.5.3	Erstellung der Kalibriergeraden	135
3.5.6	Auswertung	135
3.5.6.1	Graphische Auswertung	135
3.5.6.2	Auswertung durch Berechnung einer Kalibriergeraden	136

X Inhalt

3.5.6.3	Berechnung	137
3.5.6.4	Zuverlässigkeit der Methode	137
3.6	Applikation in der Umweltanalytik	138
3.6.1	Quantitative Bestimmung	138
3.6.2	Photometrische Bestimmung mit 4-Amino-2,3-dimethyl-1-phenyl-3-pyrazolin-5-on (4-Aminoantipyrin) gemäß DIN	139
3.6.2.1	Prinzip	139
3.6.2.2	Störungen und Vorbehandlung	139
3.6.2.3	Gesamtphenole	140
3.6.2.4	Wasserdampfflüchtige Phenole	140
3.6.2.5	Reagenzien	141
3.7	UV/VIS-Spektrometrie mittels Diodenarray-Technik	142
3.7.1	Analytik von polycyclischen aromatischen Kohlenwasserstoffen (PAK)	142
3.7.1.1	Bestimmung von PAK mittels HPLC und Diodenarray-Detektion	143
3.7.1.2	Anwendungen	145
3.7.2	Analytik von Pflanzenbehandlungs- und Schädlingsbekämpfungs-mitteln (PSM)	150
3.7.2.1	Bestimmung von PSM mittels HPLC und Diodenarray-Detektion	152
3.7.2.2	Probenvorbereitung	155
3.8	Derivatisierung in der UV/VIS-Spektrometrie am Beispiel von Carbonylverbindungen	156
3.8.1	Formaldehyd-Bestimmung in Innenräumen	159
3.9	Literatur	160
4	Infrarotspektroskopie	
	<i>Hartwig Schulz</i>	163
4.1	Einleitung	163
4.2	Theoretische Grundlagen	164
4.3	MIR-Spektroskopie	167
4.3.1	Geräteaufbau	167
4.3.2	Präparation der Proben	169
4.3.3	GC-IR-Kopplung	172
4.4	NIR-Spektroskopie	173
4.4.1	Aufnahme von Spektren	173
4.4.2	Interpretation von NIR-Spektren	174
4.5	Applikationsbeispiele	176
4.5.1	Charakterisierung von Fetten	177
4.5.2	Charakterisierung von Kohlenhydraten	178
4.5.3	Charakterisierung von Proteinen	180
4.5.4	Charakterisierung von Aromastoffen und Aromaextrakten	182

4.5.5 Charakterisierung von Umweltkontaminanten	189
4.6 Literatur	193
Register	197