

Inhaltsverzeichnis

I Grundlagen

1	Strategien zur Untersuchung von Lebensmitteln.....	3
1.1	Probenbeschreibung.....	4
1.2	Probenvorbereitung	4
1.3	Analysenparameter	5
2	Methodenkategorien.....	7
2.1	Analysenmethoden	8
2.1.1	Labormethoden, Schnellmethoden, Sofortmethoden	8
2.1.2	Absolutmethoden.....	8
2.1.3	Relativmethoden.....	10
2.1.4	Aussagekraft.....	10
2.2	Standardmethoden	10
2.2.1	Offizielle Methoden	10
2.2.2	Modifizierte Methoden	11
2.3	Literaturmethoden.....	11
2.4	Hausmethoden.....	11
	Literatur.....	12

II Qualität im Labor

3	Beurteilung von Methoden und Ergebnissen	15
3.1	Methoden.....	16
3.1.1	Kalibrierung	16
3.1.2	Nachweis-, Erfassungs- und Bestimmungsgrenze	20
3.1.3	Wiederfindung.....	22
3.2	Ergebnisse	25
3.2.1	Anzahl der Einzelmessungen.....	25
3.2.2	Mittelwert, Standardabweichung und Varianz.....	25
3.2.3	Prüfung auf Normalverteilung (Schnelltest).....	26
3.2.4	Ausreißer	27
3.2.5	Angabe des Messergebnisses	31
3.2.5.1	Konfidenzintervall für kleine Stichprobenumfänge	31
3.2.5.2	Vergleich eines Mittelwertes mit einem Soll-/Grenzwert	32
3.2.5.3	Messunsicherheit	33
	Literatur.....	37
4	Qualitätsmanagement im Labor	39
4.1	Akkreditierung.....	40
4.2	Qualitätslenkung.....	40
4.2.1	Interne Qualitätssicherung.....	40
4.2.2	Externe Qualitätssicherung	41
4.3	Eignungsprüfungen.....	42

III Verfahren in der Lebensmittelanalytik

5	Instrumentelle Techniken	45
5.1	Chromatographie	47
5.1.1	Dünnschichtchromatographie (DC)	49
5.1.2	Hochleistungs-Dünnschichtchromatographie (HPTLC)	55
5.1.3	Gaschromatographie (GC)	58
5.1.4	Hochleistungs-Flüssigchromatographie (HPLC)	64
5.1.5	Denaturierende HPLC	72
5.2	Massenspektrometrie	76
5.2.1	Massenspektrometrie mit Gaschromatographie (GC-MS)	80
5.2.2	Tandem-Massenspektrometrie mit Flüssigchromatographie (LC-MS/MS)	80
5.2.3	Matrix-unterstützte Laserdesorption/Ionisierung-Flugzeit-Massenspektrometrie (MALDI-TOF-MS)	81
5.2.4	Massenspektrometrie mit induktiv-gekoppelten Plasma (ICP-MS)	82
5.3	Spektrometrie	83
5.3.1	Ultraviolett/Visuell-Spektrometrie – Photometrie	84
5.3.2	Infrarotspektrometrie (IR-Spektrometrie)	87
5.3.3	Kernspinresonanzspektrometrie (NMR-Spektrometrie)	90
5.3.4	Atomabsorptionspektrometrie (AAS)	96
5.3.5	Flammenphotometrie	103
5.3.6	Polarimetrie	105
5.3.7	Refraktometrie	109
5.4	Polarographie	113
5.5	Enzymatische Analyse	119
5.6	Elektrophorese	124
5.6.1	Agarose-Gelelektrophorese	126
5.6.2	Natriumdodecylsulfat-Polyacrylamid-Gelelektrophorese (SDS-PAGE)	129
5.6.3	Isoelektrische Fokussierung auf Polyacrylamid-Gelen (IEF-PAGE)	132
5.7	Immunochemische Verfahren	133
5.7.1	Enzyme-linked Immunosorbent Assay (ELISA)	136
5.8	Molekularbiologische Verfahren	137
5.8.1	DNA-Isolierungsverfahren	139
5.8.2	DNA-Konzentrationsbestimmungsverfahren	140
5.8.3	Qualitative Endpunkts-PCR	142
5.8.4	PCR-Restriktionsfragmentlängenpolymorphismus (RFLP)	145
5.8.5	Quantitative Realtime-PCR	147
	Weiterführende Literatur	152

IV Untersuchung von Lebensmitteln

6	Allgemeine Parameter	159
6.1	Dichte	160
6.1.1	Pyknometrische Bestimmung der relativen Dichte	161
6.1.2	Dichtebestimmung mittels Biegeschwinger	163
6.2	Wasser	165
6.2.1	Bestimmung von Wasser durch Karl-Fischer-Titration	165

6.2.2	Bestimmung von Wasser durch azeotrope Destillation.....	168
6.3	Trockensubstanz	170
6.3.1	Gravimetrische Bestimmung der Trockensubstanz	171
6.3.2	Refraktometrische Bestimmung der Trockensubstanz	172
6.3.3	Pyknometrische Bestimmung der Trockensubstanz	174
6.4	Glührückstand	175
6.4.1	Bestimmung des Glührückstandes durch direkte Veraschung (Aschegehalt)....	175
6.4.2	Bestimmung des säureunlöslichen Glührückstandes (Sandgehalt)	177
6.4.3	Bestimmung der Type von Getreidemehl	178
6.4.4	Bestimmung der Aschenalkalität	180
6.5	Ballaststoff-/Rohfaser	181
6.5.1	Bestimmung der unlöslichen organischen Ballaststoffe nach van Soest.....	181
6.5.2	Bestimmung der Rohfaser nach Scharrer-Kürschner	184
	Weiterführende Literatur.....	186
7	Fette, Fettbegleitstoffe.....	189
7.1	Fett	191
7.1.1	Direkte Extraktion – Methode nach Soxhlet	193
7.1.2	Extraktion nach Säureaufschluss – Methode nach Weibull-Stoldt.....	196
7.2	Fett in Milch und Milcherzeugnissen	197
7.2.1	Extraktion nach Ammoniakaufschluss – Methode nach Röse-Gottlieb	198
7.2.2	Extraktion nach Säureaufschluss – Methode nach Schmid-Bondzynski-Ratzlaff.....	200
7.2.3	Acidobutyrometrische Bestimmung – Methode nach Gerber	202
7.3	Charakterisierung von Fetten und Ölen	204
7.3.1	Chemische Methoden – Kennzahlen.....	204
7.3.1.1	Bestimmung der Verseifungszahl.....	204
7.3.1.2	Bestimmung der Iodzahl – Methode nach Kaufmann	206
7.3.1.3	Bestimmung der Säurezahl und des FFA-Gehaltes.....	209
7.3.1.4	Bestimmung der Peroxidzahl – Methode nach Wheeler.....	212
7.3.1.5	Bestimmung der Anisidin Zahl.....	214
7.3.1.6	Bestimmung der Totox-Zahl.....	216
7.3.1.7	Bestimmung der Oxidationsbereitschaft.....	217
7.3.1.8	Bestimmung der Halbmikro-Buttersäurezahl.....	219
7.3.1.9	Bestimmung der unverseifbaren Anteile	223
7.3.2	Spektrometrische Methoden.....	225
7.3.2.1	Charakterisierung von Fetten und Ölen anhand des UV-Spektrums.....	225
7.3.2.2	Nachweis der Fettraffination mittels UV-Spektrometrie	227
7.3.2.3	Nachweis der Fetthärtung mittels IR-Spektrometrie	229
7.3.3	Chromatographische Methoden	231
7.3.3.1	Charakterisierung von Fetten und Ölen mittels DC	232
7.3.3.2	Trennung und Identifizierung von Fettsäuren (als Methylester) mittels GC-FID	233
7.3.3.3	Quantifizierung des Milchfettgehaltes mittels GC-FID	236
7.3.3.4	Trennung und Identifizierung von trans-Fettsäuren (als Methylester) mittels GC-FID	238
7.3.3.5	Bestimmung der Triglyceridverteilung mittels Hochtemperatur-GC-FID	240

7.3.3.6	Bestimmung von Kakaobutteräquivalenten mittels GC-FID (CoCal-Verfahren)	243
7.3.3.7	Nachweis und Identifizierung von Sterinen mittels Kombination von DC und GC-FID.....	247
	Weiterführende Literatur.....	250
8	Aminosäuren, Peptide, Proteine, Nucleinsäuren	253
8.1	Aminosäuren.....	258
8.1.1	Identifizierung von Aminosäuren mittels DC	259
8.1.2	Bestimmung der Formolzahl	261
8.1.3	Photometrische Bestimmung von Hydroxyprolin.....	263
8.1.4	Photometrische Bestimmung von Prolin.....	266
8.2	Proteine.....	268
8.2.1	Charakterisierung von Proteinen – Übersicht.....	268
8.2.1.1	Allgemeine Nachweisreaktionen	269
8.2.1.2	Möglichkeiten der Reinigung und Anreicherung	270
8.2.1.3	Möglichkeiten der Identifizierung (Strukturanalyse)	270
8.2.2	Bestimmung von Proteinen	271
8.2.2.1	Bestimmung des Gesamtproteingehaltes über Stickstoff – Methode nach Kjeldahl	271
8.2.2.2	Bestimmung des Reinproteingehaltes – Methode nach Barnstein	279
8.2.3	Elektrophoretische Methoden.....	280
8.2.3.1	Bestimmung der molekularen Masse von Proteinuntereinheiten mittels SDS-PAGE.....	280
8.2.3.2	Differenzierung von Tierarten mittels IEF	283
8.2.4	Immunochemische Methoden	285
8.2.4.1	Bestimmung von Molkenproteinen mittels ELISA.....	285
8.3	Nucleinsäuren.....	288
8.3.1	Nachweis von Bt-Mais mittels Qualitativer PCR	288
8.3.2	Differenzierung von Kakaoarten mittels PCR-RFLP.....	292
	Weiterführende Literatur.....	294
9	Kohlenhydrate	297
9.1	Mono-, Di- und Oligosaccharide	298
9.1.1	Chromatographische Methoden	299
9.1.1.1	Identifizierung von Zuckern mittels DC	301
9.1.1.2	Bestimmung von Zuckern mittels HPLC-RI	302
9.1.1.3	Bestimmung von Zuckern mittels GC-FID	305
9.1.2	Polarimetrische Methoden.....	309
9.1.2.1	Polarimetrische Bestimmung von Saccharose und Glucose	310
9.1.3	Chemische Summenmethoden	313
9.1.3.1	Bestimmung der direkt reduzierenden Zucker vor der Inversion – Reduktometrische Methode nach Luff-Schoorl.....	313
9.1.3.2	Bestimmung der gesamtreduzierenden Zucker nach der Inversion – Reduktometrische Methode nach Luff-Schoorl.....	317
9.1.3.3	Bestimmung von reduzierenden Zuckern (Lactose) und Saccharose – Komplexometrische Methode nach Potterat-Eschmann	320

Inhaltsverzeichnis

9.1.4	Chemische Selektivmethoden	325
9.1.4.1	Bestimmung von Fructose – Methode nach Willstätter-Schudel	325
9.1.4.2	Bestimmung von Saccharose – Kalkvorschrift	331
9.1.5	Enzymatische Methoden	333
9.1.5.1	Enzymatische Bestimmung von Glucose, Fructose und Mannose	333
9.1.5.2	Enzymatische Bestimmung von Glucose und Saccharose	336
9.2	Polysaccharide	338
9.2.1	Nachweis von Stärke	339
9.2.2	Polarimetrische Bestimmung von Stärke	340
9.2.3	Photometrische Bestimmung von Pektin	343
	Weiterführende Literatur	346
10	Spezielle Inhaltsstoffe	349
10.1	Alkohole	351
10.1.1	Pyknometrische Bestimmung des Gesamtalkoholgehaltes	351
10.1.2	Bestimmung von Methanol – Chromotropsäuremethode	356
10.1.3	Identifizierung und Bestimmung von Alkoholen mittels GC-FID	360
10.2	Organische Säuren	361
10.2.1	Identifizierung von organischen Säuren mittels DC	362
10.2.2	Bestimmung der flüchtigen Säuren	365
10.2.3	Chemisch-photometrische Methoden	366
10.2.3.1	Photometrische Bestimmung von Weinsäure	366
10.2.3.2	Photometrische Bestimmung von Milchsäure	368
10.2.3.3	Photometrische Bestimmung von Äpfelsäure	370
10.2.4	Enzymatische Methoden	373
10.2.4.1	Enzymatische Bestimmung von L-Äpfelsäure	373
10.2.4.2	Enzymatische Bestimmung von Citronensäure	376
10.3	Stickstoffsubstanzen	379
10.3.1	Theobromin und Coffein	380
10.3.1.1	Photometrische Bestimmung von Methylxanthinen	380
10.3.1.2	Bestimmung von Coffein und Theobromin mittels HPLC-UV	383
10.3.1.3	Abschätzung der Kakaobestandteile	385
10.3.2	Photometrische Bestimmung von Gesamtkreatinin	387
10.3.3	Identifizierung von biogenen Aminen mittels DC	390
10.3.4	Fluorimetrische Bestimmung von Histamin	393
10.4	Vitamine	396
10.4.1	Photometrische Bestimmung von Vitamin A (Retinol)	397
10.4.2	Fluorimetrische Bestimmung von Vitamin B₁ (Thiamin)	400
10.4.3	Bestimmung von Vitamin C (L-Ascorbinsäure)	403
10.4.3.1	L-Ascorbinsäurebestimmung – Methode nach Tillmanns	404
10.4.3.2	Iodometrische Bestimmung von L-Ascorbinsäure	406
10.4.3.3	Polarographische Bestimmung von L-Ascorbinsäure	407
10.4.3.4	Bestimmung von L-Ascorbinsäure mittels HPLC-UV	409
10.5	Bestimmung von Glycyrrhizin mittels HPLC-UV	412
10.6	Aktivität von Enzymen	415
10.6.1	Photometrische Bestimmung der Amylase-Aktivität	415
10.6.2	Photometrische Bestimmung der Phosphatase-Aktivität	418

10.7	Mineralstoffe	421
10.7.1	Bestimmung von Natrium und Kalium mittels Flammenphotometrie.....	421
10.7.2	Bestimmung von Calcium und Magnesium mittels AAS.....	423
10.7.3	Photometrische Bestimmung von Eisen	426
10.7.4	Bestimmung von Chlorid	429
10.7.4.1	Chloridbestimmung – Methode nach Mohr.....	429
10.7.4.2	Chloridbestimmung durch potentiometrische Titration.....	432
10.7.4.3	Chloridbestimmung – Methode nach Volhard.....	434
10.7.4.4	Chloridbestimmung durch Titration mit Quecksilber(II)-nitrat	436
10.7.5	Photometrische Phosphatbestimmung	439
10.7.6	Simultanbestimmung von Anionen mittels Ionenchromatographie (SCIC)....	441
10.8	Active Principles	442
10.8.1	Bestimmung von Cumarin mittels HPLC-UV und LC-MS/MS	443
10.9	Photometrische Bestimmung von Hydroxymethylfurfural (HMF)	446
	Weiterführende Literatur.....	447
11	Zusatzstoffe	451
11.1	Konservierungsstoffe	453
11.1.1	Identifizierung von Konservierungsstoffen mittels DC	454
11.1.2	Identifizierung/Differenzierung von Benzoesäure und Sorbinsäure mittels DC nach prächromatographischer In-situ-Derivatisierung	456
11.1.3	Photometrische Bestimmung von Sorbinsäure	460
11.1.4	Bestimmung von Konservierungsstoffen in fettarmen Lebensmitteln mittels HPLC-UV.....	462
11.1.5	Bestimmung von Konservierungsstoffen in fettrichen Lebensmitteln mittels HPLC-UV.....	465
11.1.6	Bestimmung von Gesamt-Schweifliger Säure (Gesamt-SO ₂).....	467
11.2	Süßstoffe	470
11.2.1	Identifizierung von Süßstoffen mittels DC.....	471
11.2.2	Bestimmung von Cyclamat	473
11.2.2.1	Chemisch-gravimetrische Methode	473
11.2.2.2	Bestimmung mittels HPLC-UV.....	475
11.2.3	Bestimmung von Acesulfam-K, Aspartam und Saccharin mittels Ionenpaar-HPLC-UV	478
11.3	Farbstoffe	481
11.3.1	Identifizierung wasserlöslicher, synthetischer Farbstoffe mittels DC	483
11.3.2	Identifizierung fettlöslicher Farbstoffe mittels DC	487
11.4	Weitere Zusatzstoffe	489
11.4.1	Identifizierung von Antioxidantien mittels DC.....	489
11.4.2	Photometrische Bestimmung von Nitrit und Nitrat	493
11.4.3	Nachweis von kondensierten Phosphaten mittels DC.....	499
11.4.4	Photometrische Bestimmung von Phosphat (Ermittlung der P-Zahl).....	501
11.4.5	Photometrische Bestimmung von Milcheiweiß.....	504
11.4.6	Bestimmung von Ammoniumchlorid mittels Titration	506
	Weiterführende Literatur.....	508

12	Schadstoffe, Kontaminanten, Rückstände.....	511
12.1	Elementanalytik.....	514
12.1.1	Bestimmung von Blei mittels AAS	514
12.1.2	Bestimmung von Quecksilber mittels AAS (Kaltdampftechnik)	515
12.1.3	Bestimmung von Elementen mit ICP-MS – Übersichtsanalyse (TotalQuant).....	517
12.2	Kontaminanten und organische Rückstände	519
12.2.1	Mykotoxine	519
12.2.1.1	Bestimmung von Ochratoxin A mittels HPLC-FD.....	519
12.2.1.2	Bestimmung von Aflatoxinen mittels HPLC-FD	522
12.2.2	Bestimmung von Acrylamid mittels LC-MS/MS	526
12.2.3	Bestimmung von Nitrosaminen in Bier mittels GC-TEA.....	529
12.2.4	Bestimmung von polycyclischen aromatischen Kohlenwasserstoffen (PAK) mittels HPLC-FD am Beispiel Benzo[a]pyren	534
12.2.5	Bestimmung von freiem 3-MCPD mittels GC-MS.....	539
12.2.6	Summenbestimmung von 3-MCPD-Fettsäureestern und Glycidyl-Fettsäureestern mittels GC-MS.....	543
12.2.7	Bestimmung von Benzol, Toluol und Xylol-Isomeren mittels GC/MS	546
12.2.8	Identifizierung und Bestimmung von Tetrachlorethen mittels GC-ECD.....	550
12.2.9	Nachweis und Bestimmung von Malachitgrün mittels DC-Densitometrie	553
	Weiterführende Literatur.....	556
	Anhang	559
	Sachverzeichnis.....	569