

# Inhaltsverzeichnis

|                                           |     |
|-------------------------------------------|-----|
| Vorwort zur 4. Auflage                    | V   |
| Herausgeber und Autoren                   | VII |
| Herausgeber                               | VII |
| Autoren                                   | VII |
| <br>                                      |     |
| 1 Methoden in der analytischen Chemie     | 1   |
| <i>R. Matissek, K. Janßen, L. W. Kroh</i> |     |
| 1.1 Einleitung                            | 1   |
| 1.2 Methodenkategorien                    | 1   |
| 1.2.1 Methodenkonzeption                  | 2   |
| 1.2.1.1 Labormethoden                     | 2   |
| 1.2.1.2 Schnellmethoden                   | 2   |
| 1.2.1.3 Sofortmethoden                    | 3   |
| 1.2.2 Kalibrierabhängigkeit von Methoden  | 3   |
| 1.2.2.1 Absolutmethoden                   | 3   |
| 1.2.2.2 Relativmethoden                   | 3   |
| 1.2.3 Aussagekraft von Methoden           | 4   |
| 1.3 Methodenarten                         | 4   |
| 1.3.1 Standardmethoden                    | 4   |
| 1.3.1.1 Offizielle Methoden               | 4   |
| 1.3.1.2 Modifizierte Standardmethoden     | 5   |
| 1.3.2 Literaturmethoden                   | 5   |
| 1.3.3 Hausmethoden                        | 6   |
| 1.4 Beurteilung von Methoden              | 6   |
| 1.4.1 Validierung                         | 6   |
| 1.4.1.1 Spezifität, Selektivität          | 7   |
| 1.4.1.2 Präzision                         | 7   |
| 1.4.1.3 Richtigkeit, Wiederfindung        | 7   |
| 1.4.1.4 Robustheit                        | 7   |
| 1.4.1.5 Linearität                        | 8   |
| 1.4.1.6 Nachweis- und Bestimmungsgrenze   | 8   |
| 1.4.2 Verifizierung                       | 8   |
| 1.4.3 Kalibrierung                        | 8   |
| 1.4.4 Qualitätssicherung im Labor         | 9   |
| 1.5 Beurteilung von Ergebnissen           | 9   |
| 1.5.1 Statistische Kennzahlen             | 9   |
| 1.5.1.1 Mittelwert und Standardabweichung | 9   |

|            |                                                                                                                                                              |           |
|------------|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------|
| 1.5.1.2    | Normalverteilung und Ausreißer .....                                                                                                                         | 9         |
| 1.5.2      | Messunsicherheit .....                                                                                                                                       | 10        |
| 1.5.3      | Angabe von Ergebnissen .....                                                                                                                                 | 11        |
| 1.6        | Zusammenfassung .....                                                                                                                                        | 11        |
| <b>2</b>   | <b>Methoden der schnellen Probenvorbereitung – „Clean-Up“ ...</b>                                                                                            | <b>13</b> |
|            | <i>M. Raters, B. Thierfelder</i>                                                                                                                             |           |
| <b>2.1</b> | <b>Einleitung .....</b>                                                                                                                                      | <b>13</b> |
| <b>2.2</b> | <b>Festphasenextraktion .....</b>                                                                                                                            | <b>13</b> |
| 2.2.1      | Einführung .....                                                                                                                                             | 13        |
| 2.2.2      | Ziele .....                                                                                                                                                  | 14        |
| 2.2.3      | Retentionsmechanismen .....                                                                                                                                  | 14        |
| 2.2.4      | Festphasen/Sorbentien .....                                                                                                                                  | 15        |
| 2.2.4.1    | Silikabasierte Sorbentien .....                                                                                                                              | 17        |
| 2.2.4.2    | Polymerbasierte Sorbentien .....                                                                                                                             | 19        |
| 2.2.4.3    | Spezielle Phasen .....                                                                                                                                       | 19        |
| 2.2.5      | Das Protokoll .....                                                                                                                                          | 20        |
| 2.2.5.2    | Beladen .....                                                                                                                                                | 21        |
| 2.2.5.3    | Waschen/Trocknen .....                                                                                                                                       | 21        |
| 2.2.5.4    | Eluieren .....                                                                                                                                               | 21        |
| 2.2.6      | Nicht-retentive SPE / Clean-Up .....                                                                                                                         | 22        |
| 2.2.7      | Dispersive SPE – QuEChERS .....                                                                                                                              | 23        |
| 2.2.8      | Automation .....                                                                                                                                             | 23        |
| 2.2.8.1    | Systeme zur Automation .....                                                                                                                                 | 23        |
| 2.2.8.2    | Online-SPE .....                                                                                                                                             | 25        |
| <b>2.3</b> | <b>Solid-Phase Microextraction (SPME) .....</b>                                                                                                              | <b>26</b> |
| 2.3.1      | Prinzip der Methode .....                                                                                                                                    | 26        |
| 2.3.2      | Aufbau der SPME .....                                                                                                                                        | 27        |
| 2.3.3      | Probenahme mittels SPME .....                                                                                                                                | 27        |
| 2.3.4      | Desorption und anschließende Auswertung .....                                                                                                                | 28        |
| 2.3.5      | Modifikationen/Neuerungen der SPME .....                                                                                                                     | 29        |
| 2.3.5.1    | Derivatisierung .....                                                                                                                                        | 29        |
| 2.3.5.2    | In-tube (IT) SPME .....                                                                                                                                      | 29        |
| 2.3.5.3    | Stir Bar Sorptive Extraction (SBSE) .....                                                                                                                    | 30        |
| 2.3.5.4    | SPME Arrow .....                                                                                                                                             | 31        |
| 2.3.6      | Vor- und Nachteile der SPME-Methode .....                                                                                                                    | 31        |
| <b>2.4</b> | <b>Anwendungsbeispiele für die Praxis .....</b>                                                                                                              | <b>31</b> |
| 2.4.1      | NP-SPE: Bestimmung von polycyclischen aromatischen Kohlenwasserstoffen (PAK bzw. engl. PAH) in Kakaoerzeugnissen und anderen fettreichen Lebensmitteln ..... | 31        |
| 2.4.2      | RP-SPE: Bestimmung von Pyrrolizidinalkaloiden in Lebensmitteln .....                                                                                         | 32        |
| 2.4.3      | Ionenaustausch-SPE: Bestimmung von Streptomycin in Fisch .....                                                                                               | 33        |

|         |                                                                                                 |    |
|---------|-------------------------------------------------------------------------------------------------|----|
| 2.4.4   | Nicht-retentive SPE: Multi-Methode zur Bestimmung von Mykotoxinen in Lebensmitteln .....        | 33 |
| 2.4.5   | SPME: Bestimmung von Furan in geröstetem Kaffee mittels Headspace-SPME .....                    | 33 |
| 2.5     | Fazit und Ausblick .....                                                                        | 34 |
| 3       | Ionen- und Isotopenanalyse .....                                                                | 37 |
| 3.1     | Analysentechniken zur quantitativen Bestimmung von Spurenelementgehalten in Lebensmitteln ..... | 37 |
|         | <i>H. Haase</i>                                                                                 |    |
| 3.1.1   | Einleitung .....                                                                                | 37 |
| 3.1.2   | Probenvorbereitung .....                                                                        | 38 |
| 3.1.3   | Atomabsorptionsspektrometrie (AAS) .....                                                        | 40 |
| 3.1.4   | Emissionsspektrometrie .....                                                                    | 45 |
| 3.1.5   | Röntgenfluoreszenz .....                                                                        | 47 |
| 3.1.6   | Massenspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma .....                                       | 47 |
| 3.1.7   | Kopplungsverfahren .....                                                                        | 51 |
| 3.2     | Isotopenanalyse .....                                                                           | 55 |
|         | <i>Chr. Beer, M. Hofsommer</i>                                                                  |    |
| 3.2.1   | Einleitung .....                                                                                | 55 |
| 3.2.2   | Stabilisotopen .....                                                                            | 56 |
| 3.2.3   | Fraktionierung von Stabilisotopen .....                                                         | 56 |
| 3.2.3.1 | Kohlenstoff .....                                                                               | 58 |
| 3.2.3.2 | Wasserstoff/Sauerstoff .....                                                                    | 59 |
| 3.2.3.3 | Stickstoff .....                                                                                | 60 |
| 3.2.3.4 | Schwefel/Strontium .....                                                                        | 60 |
| 3.2.4   | Übersicht Messung von Stabilisotopenverhältnissen .....                                         | 61 |
| 3.2.5   | Applikationen .....                                                                             | 62 |
| 3.2.5.1 | Fruchtsaft .....                                                                                | 63 |
| 3.2.5.2 | Wein/Schaumwein .....                                                                           | 65 |
| 3.2.5.3 | Obst/Gemüse .....                                                                               | 66 |
| 3.2.5.4 | Honig/Ahornsirup .....                                                                          | 67 |
| 3.2.5.5 | Öle .....                                                                                       | 68 |
| 3.2.5.6 | Aroma und natürliche Lebensmittelzusatzstoffe .....                                             | 69 |
| 3.2.5.7 | Tierische Produkte .....                                                                        | 70 |

|              |                                                                                                        |            |
|--------------|--------------------------------------------------------------------------------------------------------|------------|
| <b>4</b>     | <b>Chromatographische Methoden und fortschrittliche Kopplungen</b>                                     | <b>77</b>  |
| <b>4.1</b>   | <b>Instrumentelle Hochleistungs-Dünnschichtchromatographie mit Multidetektion (HPTLC)</b>              | <b>77</b>  |
|              | <i>G. Morlock</i>                                                                                      |            |
| 4.1.1        | Entwicklung der Planar-Chromatographie (DC → HPTLC → UTLC)                                             | 77         |
| 4.1.2        | Kontroverse Perspektiven                                                                               | 78         |
| 4.1.3        | Bedeutung der HPTLC in der Lebensmittelüberwachung                                                     | 79         |
| 4.1.4        | Gewinnbringende Aspekte für die Lebensmittelanalytik                                                   | 80         |
| 4.1.5        | Auswahl der HPTLC-Schicht und des Trennprinzips                                                        | 82         |
| 4.1.6        | Automatisierte Schritte der HPTLC                                                                      | 85         |
| 4.1.6.1      | Probenauftragung                                                                                       | 85         |
| 4.1.6.2      | Entwicklung                                                                                            | 86         |
| 4.1.6.3      | Derivatisierung                                                                                        | 87         |
| 4.1.6.4      | Dokumentation und Densitometrie                                                                        | 88         |
| 4.1.6.5      | Auswertung und Quantifizierung                                                                         | 90         |
| 4.1.7        | Wirkungsbezogene Detektion mittels HPTLC-EDA                                                           | 92         |
| 4.1.8        | Charakterisierung von Zonen mittels HPTLC-MS                                                           | 94         |
| 4.1.9        | Anwendungsbeispiele                                                                                    | 97         |
| 4.1.9.1      | Coumarin und weitere bioaktive Verbindungen in Kosmetika und Lebensmitteln                             | 97         |
| 4.1.9.2      | Wirkungsbezogene Analytik (HPTLC-UV/Vis/FLD-EDA-DART-MS) am Beispiel der Parabene in Handcremes        | 99         |
| 4.1.9.3      | Quantifizieren von Wirkstoffen sowie Wirkungsprofile zum Erfassen von Veränderungen in Ingwerprodukten | 99         |
| 4.1.9.4      | Bestimmung von Lactose in Lactose-freien Milchprodukten                                                | 99         |
| 4.1.10       | Weiterführende Literatur                                                                               | 101        |
| <b>4.2</b>   | <b>Gaschromatographie (GC)</b>                                                                         | <b>113</b> |
| <b>4.2.1</b> | <b>Klassische GC und GC-MS</b>                                                                         | <b>113</b> |
|              | <i>Th. Fiedler, M. Hofsommer</i>                                                                       |            |
| 4.2.1.1      | Grundlagen                                                                                             | 113        |
| 4.2.1.2      | Gaschromatographie im Routinelabor                                                                     | 119        |
| 4.2.1.3      | Automatisierung                                                                                        | 123        |
| 4.2.1.4      | Qualitätssicherung                                                                                     | 126        |
| <b>4.2.2</b> | <b>Kopplung – GCxGC und Massenspektrometrie</b>                                                        | <b>131</b> |
|              | <i>J. Schnapka</i>                                                                                     |            |
| 4.2.2.1      | GC-GC und GCxGC                                                                                        | 131        |
| 4.2.2.2      | Säulenkombinationen                                                                                    | 132        |
| 4.2.2.3      | Modulatoren                                                                                            | 135        |
| 4.2.2.5      | Kopplung mit Massenspektrometrie als dritte Dimension                                                  | 138        |
| 4.2.2.6      | Datenauswertung                                                                                        | 140        |
| 4.2.2.7      | Anwendung in der Lebensmittelanalytik                                                                  | 141        |
| 4.2.2.7.1    | Bestimmung von MOSH/MOAH                                                                               | 142        |

|              |                                                                                                       |            |
|--------------|-------------------------------------------------------------------------------------------------------|------------|
| <b>4.2.3</b> | <b>Kopplung – LC-GC</b> .....                                                                         | <b>149</b> |
|              | <i>M. Nestola, A. Stauff, E. Becker</i>                                                               |            |
| 4.2.3.1      | Grundlagen der HPLC-GC-Kopplung .....                                                                 | 149        |
| 4.2.3.2      | Allgemeiner Aufbau .....                                                                              | 150        |
| 4.2.3.3      | LC-GC oder LCxGC - Heartcut vs. Comprehensive .....                                                   | 151        |
| 4.2.3.4      | HPLC als Vortrennung für die GC .....                                                                 | 151        |
| 4.2.3.5      | LC-GC-Transfer & Echtzeit-Verdampfung .....                                                           | 153        |
| 4.2.3.6      | On-Column-Techniken .....                                                                             | 153        |
| 4.2.3.7      | Solvent Trapping und Bandenverbreiterung .....                                                        | 154        |
| 4.2.3.8      | Der frühe Dampfausgang (SVE) .....                                                                    | 157        |
| 4.2.3.9      | Lösungsmittelverdampfung .....                                                                        | 158        |
| 4.2.3.10     | Anwendungen in der Lebensmittelanalytik .....                                                         | 159        |
| <b>4.2.4</b> | <b>Gaschromatographie-Olfaktometrie (GC-O)</b> .....                                                  | <b>169</b> |
|              | <i>M. Steinhaus</i>                                                                                   |            |
| 4.2.4.1      | Einführung .....                                                                                      | 169        |
| 4.2.4.2      | Das Prinzip der GC-O .....                                                                            | 171        |
| 4.2.4.3      | Die Bestandteile eines GC-O-Systems im Detail .....                                                   | 173        |
| 4.2.4.4      | Probenaufarbeitung .....                                                                              | 179        |
| 4.2.4.5      | Strukturaufklärung der durch GC-O detektierten Geruchsstoffe .....                                    | 185        |
| 4.2.4.6      | Ranking-Verfahren in der GC-O .....                                                                   | 188        |
| 4.2.4.7      | Interpretation und Objektivierung von GC-O-Daten .....                                                | 190        |
| 4.2.4.8      | Anwendungsbeispiele .....                                                                             | 192        |
| 4.2.4.9      | Fazit .....                                                                                           | 196        |
| <b>4.3</b>   | <b>Liquidchromatographie (LC)</b> .....                                                               | <b>205</b> |
| <b>4.3.1</b> | <b>„Klassische“ HPLC und die Kopplung LC-MS/MS (APCI, ESI)</b> .....                                  | <b>205</b> |
|              | <i>M. Roussev</i>                                                                                     |            |
| 4.3.1.1      | Können wir auf Chromatographie verzichten? .....                                                      | 205        |
| 4.3.1.2      | Die Qual der Wahl: stationäre und mobile Phasen in der HPLC .....                                     | 223        |
| 4.3.1.3      | Übersicht klassischer Detektoren und die Kopplung LC-MS/MS .....                                      | 246        |
| 4.3.1.4      | Die „vergessene“ Matrix .....                                                                         | 268        |
| <b>4.3.2</b> | <b>LC-TOF(time of flight)-MS</b> .....                                                                | <b>281</b> |
|              | <i>H. Rawel, G. Huschek, T. Homann</i>                                                                |            |
| 4.3.2.1      | Einleitung .....                                                                                      | 281        |
| 4.3.2.2      | Aufbau und Grundlagen .....                                                                           | 281        |
| 4.3.2.3      | Kopplung von TOF-Analysatoren mit gepulsten und kontinuierlichen Ionenquellen .....                   | 285        |
| 4.3.2.4      | Matrix-unterstützte Laserdesorption/Ionisation-Time of Flight-Massenspektrometer (MALDI-TOF/MS) ..... | 285        |
| 4.3.2.5      | Spezies-spezifischen Fingerprints von Proteinen der Mikroorganismen ..                                | 290        |
| 4.3.2.6      | Protein Identifizierung .....                                                                         | 293        |
| 4.3.2.7      | Maldi-TOF/TOF – Tandem MS .....                                                                       | 294        |
| 4.3.2.8      | MALDI Imaging .....                                                                                   | 296        |
| 4.3.2.9      | Hybrid Mass-Spektrometrie .....                                                                       | 298        |

|              |                                                                                |            |
|--------------|--------------------------------------------------------------------------------|------------|
| <b>4.3.3</b> | <b>Bestimmung polarer und ionischer Lebensmittelinhaltsstoffe</b>              | <b>311</b> |
|              | <i>D. Jensen</i>                                                               |            |
| 4.3.3.1      | Grundlagen der Ionenchromatographie                                            | 311        |
| 4.3.3.1.1    | Nomenklatur und Verfahren                                                      | 311        |
| 4.3.3.1.2    | Detektionsarten                                                                | 316        |
| 4.3.3.2      | IC in der Nahrungs- und Genussmittelindustrie                                  | 322        |
| 4.3.3.2.1    | Kationen                                                                       | 322        |
| 4.3.3.2.2    | Anionen                                                                        | 326        |
| 4.3.3.2.3    | Polare Herbizide und Pestizide                                                 | 328        |
| 4.3.3.2.4    | Kohlenhydrat-Bestimmungen                                                      | 329        |
| 4.3.3.2.5    | Polysaccharid-Bestimmungen                                                     | 332        |
| <b>5</b>     | <b>Spektroskopische Methoden</b>                                               | <b>343</b> |
| <b>5.1</b>   | <b>Infrarot-Spektroskopie – Anwendung der NIR in der Lebensmittelindustrie</b> | <b>343</b> |
|              | <i>A. Niemöller, D. Behmer</i>                                                 |            |
| 5.1.1        | Einleitung                                                                     | 343        |
| 5.1.2        | Geschichte und Grundlagen der NIR-Spektroskopie                                | 343        |
| 5.1.2.1      | Geschichte der NIR-Spektroskopie                                               | 343        |
| 5.1.2.2      | FT-IR und FT-NIR Spektroskopie                                                 | 344        |
| 5.1.2.3      | NIR in Lebensmitteln                                                           | 346        |
| 5.1.2.4      | NIR-Geräte                                                                     | 347        |
| 5.1.2.4.1    | Typen von NIR-Geräten                                                          | 348        |
| 5.1.2.4.2    | Technische und anwendungsbezogene Aspekte der Geräte                           | 351        |
| 5.1.2.5      | Messmodi und Probenpräsentationen                                              | 352        |
| 5.1.2.5.1    | Transmission                                                                   | 352        |
| 5.1.2.5.2    | Transflexion                                                                   | 353        |
| 5.1.2.5.3    | Diffuse Reflexion                                                              | 354        |
| 5.1.2.6      | Kategorien für den Einsatz von NIR-Geräten                                     | 355        |
| 5.1.3        | Entwicklung von Kalibrationen                                                  | 356        |
| 5.1.3.1      | Aspekte von NIR-Kalibration und Referenzanalytik                               | 357        |
| 5.1.3.2      | Multivariate Kalibration                                                       | 359        |
| 5.1.3.3      | Kalibration und Validierung chemometrischer Modelle                            | 359        |
| 5.1.3.4      | Transfer Spektraler Daten                                                      | 361        |
| 5.1.4        | Anwendung von NIR in der Lebensmittelindustrie                                 | 362        |
| 5.1.4.1      | Identifizierung                                                                | 362        |
| 5.1.4.2      | Non-target Screening                                                           | 364        |
| 5.1.4.3      | Fleisch und Fleischprodukte                                                    | 364        |
| 5.1.4.4      | Milch und Milcherzeugnisse                                                     | 366        |
| 5.1.4.4.1    | Milch und flüssige Milchprodukte                                               | 367        |
| 5.1.4.4.2    | Milchpulver                                                                    | 368        |
| 5.1.4.4.3    | Milchprotein- und Molkenproteinprodukte                                        | 369        |
| 5.1.4.4.4    | Butter                                                                         | 370        |
| 5.1.4.4.5    | Käse                                                                           | 371        |
| 5.1.5        | Würzsaucen                                                                     | 373        |

|              |                                                                           |            |
|--------------|---------------------------------------------------------------------------|------------|
| 5.1.5.1      | Mayonnaise .....                                                          | 373        |
| 5.1.5.2      | Ketchup und Tafelsaucen .....                                             | 373        |
| 5.1.5.3      | Senf .....                                                                | 374        |
| 5.1.6        | Speiseöle .....                                                           | 374        |
| 5.1.6.1      | Oliven und Olivenöl .....                                                 | 375        |
| 5.1.6.2      | Frittierfette .....                                                       | 376        |
| 5.1.6.3      | Fischöle und Öle aus Meerestieren .....                                   | 376        |
| 5.1.7        | Süßwaren .....                                                            | 377        |
| 5.1.7.1      | Kakao und Schokolade .....                                                | 377        |
| 5.1.7.2      | Zucker und Zuckererzeugnisse .....                                        | 378        |
| 5.1.8        | Getränke .....                                                            | 379        |
| 5.1.8.1      | Most und Wein .....                                                       | 379        |
| 5.1.8.2      | Alkoholhaltige Getränke .....                                             | 381        |
| 5.1.8.3      | Fruchtsäfte .....                                                         | 381        |
| 5.1.9        | Zusammenfassung .....                                                     | 382        |
| <b>5.2</b>   | <b>Raman-Spektroskopie: Spektrometer .....</b>                            | <b>387</b> |
|              | <i>F.-J. Schmitt</i>                                                      |            |
| 5.2.1        | Physikalische Grundlagen der Raman-Spektroskopie .....                    | 387        |
| 5.2.1.1      | Energetische Grundlagen der Raman-Aktivität und -Streuung .....           | 387        |
| 5.2.1.2      | Elektrodynamische Grundlagen der Raman-Aktivität und Raman-Streuung ..... | 388        |
| 5.2.1.3      | Resonanz- und oberflächenverstärkte Raman-Effekte .....                   | 390        |
| 5.2.1.4      | Oberflächenverstärkte Raman-Streuung .....                                | 390        |
| 5.2.2        | Beziehung zwischen molekularer Struktur und Raman-Spektrum .....          | 391        |
| 5.2.2.1      | Charakteristische Schwingungsmoden in einfachen Molekülen .....           | 392        |
| 5.2.2.2      | Raman-Spektren komplexer Moleküle .....                                   | 393        |
| 5.2.2.3      | Fingerprint-Bereich und Umgebungseffekte .....                            | 394        |
| <b>5.2.3</b> | <b>Raman-Spektroskopie: Technologie .....</b>                             | <b>397</b> |
|              | <i>F. Fleissner</i>                                                       |            |
| 5.2.3.1      | Aufbau moderner Raman-Spektrometer .....                                  | 397        |
| 5.2.3.1.1    | Laser als Lichtquelle .....                                               | 398        |
| 5.2.3.1.2    | Dispersive Elemente .....                                                 | 398        |
| 5.2.3.1.3    | Detektoren .....                                                          | 399        |
| 5.2.3.2      | Fluoreszenter Untergrund des Raman-Signals .....                          | 400        |
| 5.2.3.2.1    | Subtraktionsmethoden .....                                                | 401        |
| 5.2.3.2.2    | Anregung mit Laserlicht im nah-infraroten Bereich .....                   | 401        |
| 5.2.4        | Anwendungen im Lebensmittelbereich .....                                  | 402        |
| 5.2.5        | Zusammenfassung .....                                                     | 405        |
| <b>5.3</b>   | <b>Kernresonanz-Spektroskopie .....</b>                                   | <b>409</b> |
| <b>5.3.1</b> | <b>NMR Spektroskopie: Strukturaufklärung .....</b>                        | <b>409</b> |
|              | <i>M. Kaufmann, L. W. Kroh</i>                                            |            |
| 5.3.1.1      | Die Probenvorbereitung .....                                              | 409        |
| 5.3.1.1.2    | Die richtige Konzentration .....                                          | 410        |
| 5.3.1.1.3    | Das richtige Lösungsmittel .....                                          | 410        |

|              |                                                                                         |            |
|--------------|-----------------------------------------------------------------------------------------|------------|
| 5.3.1.1.4    | Temperatur .....                                                                        | 412        |
| 5.3.1.1.5    | pH-Wert (pD-Wert) .....                                                                 | 414        |
| 5.3.1.2      | Auswahl geeigneter NMR-Experimente .....                                                | 415        |
| 5.3.1.3      | Verarbeitung der Rohdaten .....                                                         | 416        |
| 5.3.1.4      | Zuordnung von Spinsystemen .....                                                        | 419        |
| 5.3.1.5      | Die Reihenfolge innerhalb von Spinsystemen .....                                        | 421        |
| 5.3.1.6      | Die Verknüpfung von Spinsystemen .....                                                  | 421        |
| 5.3.1.7      | Spin-Gitter-Relaxation ( $T_1$ -Relaxation) .....                                       | 425        |
| 5.3.1.8      | Selektive NMR-Experimente .....                                                         | 426        |
| 5.3.1.9      | Konformationsanalyse .....                                                              | 427        |
| 5.3.1.10     | Spektrensimulation .....                                                                | 430        |
| <b>5.3.2</b> | <b>NMR Spektroskopie: Analyse von Lebensmitteln</b> .....                               | <b>433</b> |
|              | <i>C. Faulstich, R. Wittkowski, S. Esslinger</i>                                        |            |
| 5.3.2.1      | Einführung und spezielle Problemstellung .....                                          | 433        |
| 5.3.2.1.1    | Messprinzip .....                                                                       | 434        |
| 5.3.2.2      | Analysenmethoden .....                                                                  | 439        |
| 5.3.2.2.1    | $^1\text{H}$ NMR-Spektroskopie .....                                                    | 439        |
| 5.3.2.2.2    | $^{13}\text{C}$ NMR-Spektroskopie .....                                                 | 440        |
| 5.3.2.2.3    | $^2\text{H}$ NMR-Spektroskopie .....                                                    | 440        |
| 5.3.2.3      | Anwendung der NMR-Spektroskopie in der Analytik von ausgewählten<br>Lebensmitteln ..... | 441        |
| 5.3.2.3.1    | Anwendungsbeispiel Öl .....                                                             | 441        |
| 5.3.2.3.2    | Anwendungsbeispiel Wein und Most .....                                                  | 445        |
| 5.3.2.3.3    | Anwendungsbeispiel Fruchtsaft .....                                                     | 446        |
| 5.3.2.3.4    | Anwendungsbeispiel Kaffee .....                                                         | 448        |
| 5.3.2.3.5    | Anwendungsbeispiel Honig .....                                                          | 449        |
| 5.3.2.3.6    | Anwendungen der $^2\text{H}$ NMR-Spektroskopie .....                                    | 450        |
| 5.3.2.4      | Zusammenfassung und Ausblick .....                                                      | 452        |
| <b>5.4</b>   | <b>Elektronenspinresonanz-Spektroskopie (ESR)</b> .....                                 | <b>459</b> |
|              | <i>C. Kanzler, L. W. Kroh</i>                                                           |            |
| 5.4.1        | Theoretische Aspekte der ESR-Spektroskopie .....                                        | 459        |
| 5.4.2        | Messmethoden .....                                                                      | 463        |
| 5.4.2.1      | Direkte Messung von Radikalen .....                                                     | 463        |
| 5.4.2.2      | Abbau stabilisierter Radikale .....                                                     | 464        |
| 5.4.2.3      | Abfangen von Radikalen mit Spin-Traps .....                                             | 467        |
| 5.4.2.4      | Messung von Metallkomplexen .....                                                       | 471        |
| 5.4.2.5      | Anwendung von Spin-Sonden .....                                                         | 472        |
| 5.4.6        | Auswertung .....                                                                        | 473        |
| <b>6</b>     | <b>Biochemische Methoden</b> .....                                                      | <b>477</b> |
| <b>6.1</b>   | <b>Immunchemische Methoden</b> .....                                                    | <b>477</b> |
|              | <i>R. J. Schneider</i>                                                                  |            |
| 6.1.1        | Einführung .....                                                                        | 477        |
| 6.1.1.1      | Einordnung .....                                                                        | 477        |

|            |                                                          |            |
|------------|----------------------------------------------------------|------------|
| 6.1.1.2    | Bindungsassay                                            | 477        |
| 6.1.1.3    | Haptenimmunoassays                                       | 478        |
| 6.1.1.4    | Antikörper                                               | 478        |
| 6.1.1.4.1  | Typen von Antikörpern, Struktur                          | 478        |
| 6.1.1.4.2  | Polyklonale Antikörper                                   | 479        |
| 6.1.1.4.3  | Monoklonale Antikörper                                   | 479        |
| 6.1.1.5    | Datenauswertung und Kalibration                          | 480        |
| 6.1.1.5.1  | Messgeräte und Reader                                    | 480        |
| 6.1.1.5.2  | Kalibrierkurve                                           | 481        |
| 6.1.1.5.3  | Nachweisgrenze, Bestimmungsgrenze, Messbereich           | 482        |
| 6.1.1.5.4  | Kreuzreaktivität                                         | 482        |
| 6.1.2      | Immunoassayformate                                       | 483        |
| 6.1.2.1    | Enzymimmunoassay (ELISA)                                 | 483        |
| 6.1.2.2    | Planare Immunomicroarrays                                | 484        |
| 6.1.2.3    | Fluoreszenzpolarisationsimmunoassay (FPIA)               | 485        |
| 6.1.2.4    | Immunchromatographische Assays                           | 486        |
| 6.1.2.5    | Partikelbasierte Immunoassays                            | 487        |
| 6.1.2.6    | Mikrofluidische und durchflusszytometrische Immunoassays | 488        |
| 6.1.2.7    | Immunsensoren                                            | 488        |
| 6.1.2.8    | Immunaффinitätschromatographie                           | 489        |
| 6.1.2.9    | Sandwich-Immunoassays                                    | 490        |
| 6.1.3      | Anwendungsbeispiele                                      | 490        |
| 6.1.3.1    | Wertgebende Inhaltsstoffe: Koffein                       | 490        |
| 6.1.3.2    | Mykotoxine                                               | 491        |
| 6.1.3.3    | Antibiotika und Sulfonamide                              | 491        |
| 6.1.3.4    | Pestizide                                                | 491        |
| 6.1.3.5    | Prioritäre Schadstoffe                                   | 492        |
| 6.1.3.6    | Allergene                                                | 492        |
| 6.1.3.7    | Toxine                                                   | 492        |
| 6.1.3.8    | Kontaminanten aus Verarbeitung und Verpackung            | 492        |
| 6.1.4      | Ausblick                                                 | 493        |
| <b>6.2</b> | <b>Molekularbiologische Methoden</b>                     | <b>501</b> |
|            | <i>I. Haase</i>                                          |            |
| 6.2.1      | Einleitung                                               | 501        |
| 6.2.2      | Theoretische Grundlagen                                  | 501        |
| 6.2.3      | PCR Komponenten                                          | 503        |
| 6.2.3.1    | DNA Polymerase                                           | 503        |
| 6.2.3.2    | Primer                                                   | 503        |
| 6.2.3.3    | MgCl <sub>2</sub> -Konzentration                         | 504        |
| 6.2.3.4    | PCR-Zusätze                                              | 504        |
| 6.2.4      | Polymerase-Inhibitoren                                   | 504        |
| 6.2.5      | PCR-Kontrollen                                           | 505        |
| 6.2.6      | Detektionsmethoden                                       | 505        |
| 6.2.6.1    | Qualitative Endpunkt-PCR                                 | 505        |
| 6.2.6.2    | Quantitative PCR                                         | 505        |

|            |                                                                                                                                                                                                    |            |
|------------|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|------------|
| 6.2.6.3    | Sequenzierung .....                                                                                                                                                                                | 509        |
| 6.2.6.4    | PCR und Fragmentlängenanalyse .....                                                                                                                                                                | 512        |
| 6.2.7      | Zusammenfassung und Ausblick .....                                                                                                                                                                 | 514        |
| <b>6.3</b> | <b>Enzymatische Methoden, Biosensoren/biomimetische Sensoren .....</b>                                                                                                                             | <b>519</b> |
|            | <i>A. Warsinke, F. W. Scheller</i>                                                                                                                                                                 |            |
| 6.3.1      | Einführung .....                                                                                                                                                                                   | 519        |
| 6.3.2      | Enzymatische Methoden .....                                                                                                                                                                        | 520        |
| 6.3.2.1    | Enzyme .....                                                                                                                                                                                       | 520        |
| 6.3.2.2    | Ungekoppelte enzymatische Tests .....                                                                                                                                                              | 521        |
| 6.3.2.3    | Gekoppelte enzymatische Tests .....                                                                                                                                                                | 523        |
| 6.3.3      | Biosensoren .....                                                                                                                                                                                  | 525        |
| 6.3.3.1    | Grundprinzipien und Aufbau von Biosensoren .....                                                                                                                                                   | 525        |
| 6.3.3.6    | Ausgewählte Anwendungsbeispiele .....                                                                                                                                                              | 529        |
| 6.3.3.7    | Messplätze und Analysatoren .....                                                                                                                                                                  | 535        |
| 6.3.4      | Trend: Biomimetische Sensoren .....                                                                                                                                                                | 537        |
| 6.3.4.1    | Biomimetische Erkennungsmoleküle .....                                                                                                                                                             | 537        |
| 6.3.4.2    | Aptasensoren .....                                                                                                                                                                                 | 538        |
| 6.3.4.3    | Sensoren mit molekular geprägten Polymeren .....                                                                                                                                                   | 539        |
| 6.3.5      | Zusammenfassung und Ausblick .....                                                                                                                                                                 | 544        |
| <b>6.4</b> | <b>Effektbasierte und bioanalytische Schnelltests .....</b>                                                                                                                                        | <b>553</b> |
|            | <i>P. Behnisch, A. Brouwer</i>                                                                                                                                                                     |            |
| 6.4.1      | Einleitung – was kann die BIO-Analytik, mit beispielsweise menschlichen Krebszellen (als Alternative zu Tierversuchen), heutzutage zu sichereren und gesünderen Lebensmitteln beitragen? .....     | 553        |
| 6.4.2      | Hintergrund – wie harmlos/gefährlich sind Mischungen aus Mikroverunreinigungen & Lebensmittelinhaltsstoffen? .....                                                                                 | 555        |
| 6.4.3      | Umwelthormone – wie relevant sind sie für Lebensmittel? .....                                                                                                                                      | 555        |
| 6.4.4      | Roboter & BIO-Analytik: Grenzenlose Möglichkeiten ... ..                                                                                                                                           | 557        |
| 6.4.5      | Welche Wirkmechanismen können mit welchem BIO-analytischen Verfahren untersucht werden? Ein kurzer Einblick in die unerschöpflich vielfältigen Möglichkeiten für die Forschung und Industrie ..... | 559        |
| 6.4.5      | Weitere Beispiele BIO-basierter Schnelltests .....                                                                                                                                                 | 567        |
| 6.4.6      | Praktische Anwendungen: Toxische in vitro Wirkprofile der „Dirty Dozen POPs“ .....                                                                                                                 | 568        |
| 6.4.7      | Wirkungen von pflanzlichen Lebensmitteln, die auch als Arzneimittel/Heilmittel Anwendung finden .....                                                                                              | 568        |
| 6.4.8      | Wasser – neue bioanalytischen Messkonzepte, um sicheres und sauberes Wasser zu gewährleisten .....                                                                                                 | 571        |
| 6.4.9      | Stoff zum Nachdenken über bekannte/unbekannte Stoffe mit deren möglichen schädlichen/gesunden Wirkungen in komplexen Mischungen von Lebensmitteln .....                                            | 571        |

|            |                                                                                     |            |
|------------|-------------------------------------------------------------------------------------|------------|
| <b>7</b>   | <b>Methoden zur Ermittlung funktioneller Eigenschaften von Lebensmitteln</b>        | <b>577</b> |
| <b>7.1</b> | <b>Wassergehalt, Wasseraktivität und Wasseraufnahme von Lebensmitteln</b>           | <b>577</b> |
|            | <i>S. Schalow</i>                                                                   |            |
| 7.1.1      | Wassergehaltsbestimmung                                                             | 577        |
| 7.1.1.2    | Infrarot-Feuchtemessung                                                             | 578        |
| 7.1.1.3    | Karl-Fischer-Titration                                                              | 578        |
| 7.1.2      | Wasseraktivität                                                                     | 580        |
| 7.1.2.2    | Messmethoden zur Ermittlung des $a_w$ -Wertes                                       | 581        |
| 7.1.3      | Gravimetrische, sorptionsbasierte Wasseraufnahme und dynamische Wasserdampfsorption | 584        |
| 7.1.3.2    | Messung von Sorption-Isothermen                                                     | 585        |
| 7.1.4      | Methoden zur Bestimmung der Hydratationseigenschaften                               | 587        |
| 7.1.4.1    | Quellung                                                                            | 587        |
| 7.1.4.2    | Wasserretentionskapazität                                                           | 588        |
| 7.1.4.3    | Wasserabsorption/Wasseraufnahme (Kapillarsaugmethode)                               | 588        |
| 7.1.4.4    | Wasserabgabe (Kapillardruckmethode)                                                 | 589        |
| 7.1.4.5    | Wertung der Methoden                                                                | 589        |
| <b>7.2</b> | <b>Rheologie</b>                                                                    | <b>593</b> |
|            | <i>F. Rummel</i>                                                                    |            |
| 7.2.1      | Grundlagen der Rheologie                                                            | 593        |
| 7.2.2      | Rheometrie                                                                          | 597        |
| 7.2.2.1    | Messprinzipien                                                                      | 597        |
| 7.2.2.2    | Aufbau und Funktionsweisen                                                          | 597        |
| 7.2.2.3    | Messgeometrien und Messzellen                                                       | 598        |
| 7.2.2.4    | Tipps zum praktischen Arbeiten mit Rheometern                                       | 601        |
| 7.2.2      | Rheologie disperser Systeme im Lebensmittelbereich                                  | 604        |
| 7.2.2.1    | Suspensionen                                                                        | 605        |
| 7.2.2.2    | Emulsionen                                                                          | 606        |
| 7.2.2.3    | Schäume                                                                             | 608        |
| 7.2.2.4    | Polymerlösungen                                                                     | 608        |
| 7.2.2.5    | Viskoelastische Materialien                                                         | 609        |
| 7.2.2.6    | Normalspannungen                                                                    | 610        |
| 7.2.3      | Zusammenfassung                                                                     | 611        |
| <b>7.3</b> | <b>Tribologie</b>                                                                   | <b>615</b> |
|            | <i>K. Pondicherry</i>                                                               |            |
| 7.3.1      | Grundlagen der Tribologie                                                           | 615        |
| 7.3.1.1    | Reibung                                                                             | 615        |
| 7.3.1.2    | Stribeck-Kurven                                                                     | 616        |
| 7.3.1.3    | Verschleiß                                                                          | 617        |
| 7.3.2      | Prüfmethoden                                                                        | 617        |
| 7.3.2.1    | Losbrechmoment                                                                      | 617        |
| 7.3.2.2    | Erweiterte Stribeck-Kurven                                                          | 618        |

|            |                                                                                                       |            |
|------------|-------------------------------------------------------------------------------------------------------|------------|
| 7.3.2.3    | Verschleißtests .....                                                                                 | 619        |
| 7.3.3      | Zusammenfassung .....                                                                                 | 619        |
| <b>7.4</b> | <b>Laserbeugung, dynamische Lichtstreuung und elektrophoretische Lichtstreuung .....</b>              | <b>621</b> |
|            | <i>C. Moitzi</i>                                                                                      |            |
| 7.4.1      | Partikelgrößenmessung mittels Laserbeugung .....                                                      | 621        |
| 7.4.2      | Partikelgrößenmessung mittels Dynamische Lichtstreuung .....                                          | 626        |
| 7.4.3      | Zetapotentialmessung mittels Elektrophoretischer Lichtstreuung (ELS) ..                               | 630        |
| 7.4.4      | Zusammenfassung .....                                                                                 | 635        |
| <b>7.5</b> | <b>Grenzflächeneigenschaften .....</b>                                                                | <b>637</b> |
|            | <i>R. Miller</i>                                                                                      |            |
| 7.5.1      | Grenzflächenspannung .....                                                                            | 637        |
| 7.5.1.1    | Definition von Grenzflächen und der Grenzflächenspannung .....                                        | 637        |
| 7.5.1.2    | Adsorptionsmodelle .....                                                                              | 639        |
| 7.5.1.3    | Bestimmung von Modellparametern für das Langmuir-Modell .....                                         | 640        |
| 7.5.2      | Klassische Messmethoden .....                                                                         | 641        |
| 7.5.2.1    | Ringtensiometrie nach du Noüy .....                                                                   | 641        |
| 7.5.2.2    | Plattentensiometrie nach Wilhelmy .....                                                               | 642        |
| 7.5.2.3    | Tropfenprofil-tensiometrie .....                                                                      | 642        |
| 7.5.2.4    | Kapillardrucktensiometrie .....                                                                       | 643        |
| 7.5.2.5    | Vergleich von Oberflächenspannungen gemessen nach der Tropfen-<br>bzw. Basen-Profil-Tensiometry ..... | 644        |
| 7.5.3.     | Kontaktwinkel und Benetzung .....                                                                     | 646        |
| 7.5.3.1    | Die Young'sche Gleichung .....                                                                        | 646        |
| 7.5.3.2    | Messung des Randwinkels von Festkörpern nach der Plattenmethode ...                                   | 646        |
| 7.5.3.3    | Methode des liegenden Tropfens .....                                                                  | 647        |
| 7.5.3.4    | Messung der Oberflächenenergie von Pulvern .....                                                      | 647        |
| 7.5.4      | Grenzflächenrheologie .....                                                                           | 648        |
| 7.5.4.1    | Messung der Viskoelastizität bei Expansion/Kompression .....                                          | 649        |
| 7.5.4.2    | Messung der Viskoelastizität bei Scherung .....                                                       | 650        |
| 7.5.5      | Zusammenfassung .....                                                                                 | 651        |
| <b>7.6</b> | <b>Strukturcharakterisierung von Feststoffen und Pulvern .....</b>                                    | <b>655</b> |
|            | <i>S. Drusch</i>                                                                                      |            |
| 7.6.1      | Bestimmung der Oberflächenzusammensetzung .....                                                       | 655        |
| 7.6.2      | Dichtebestimmung mittels Heliumpyknometrie .....                                                      | 657        |
| 7.6.3      | Bestimmung der spezifischen Partikeloberfläche .....                                                  | 658        |
| 7.6.4      | Bestimmung der Porosität mittels Hg-Porosimetrie .....                                                | 659        |
| 7.6.5      | Bestimmung der Kristallinität .....                                                                   | 661        |
| 7.6.6      | Zusammenfassung .....                                                                                 | 662        |
| <b>7.7</b> | <b>Messen von Pulvern und Schüttgütern .....</b>                                                      | <b>665</b> |
|            | <i>E. Riedl, K. Hartmann, D. Schütz</i>                                                               |            |
| 7.7.1      | Empirische Methoden .....                                                                             | 665        |
| 7.7.2      | Scherversuch .....                                                                                    | 665        |
| 7.7.3      | Staurohrversuch .....                                                                                 | 667        |

|            |                                                                                         |            |
|------------|-----------------------------------------------------------------------------------------|------------|
| 7.7.4      | Lufthaltevermögen .....                                                                 | 667        |
| 7.3.5      | Fließkurven und Viskositätsmessung .....                                                | 668        |
| 7.3.6      | Warren Spring Kohäsion .....                                                            | 668        |
| <b>7.8</b> | <b>Thermische Analyse .....</b>                                                         | <b>671</b> |
|            | <i>U. Einhorn-Stoll</i>                                                                 |            |
| 7.8.1      | Begriffe und Grundoperationen der TA .....                                              | 672        |
| 7.8.2      | Thermogravimetrie TG und Differentialthermogravimetrie DTG .....                        | 674        |
| 7.8.3      | Dynamische Differenzkalorimetrie (DDK = Differential Scanning<br>Calorimetry) DSC ..... | 676        |
| 7.8.4      | Simultane thermische Analyse (STA) .....                                                | 681        |
| 7.8.5      | Ausblick auf den weiteren Einsatz der TA zur Untersuchung von<br>Lebensmitteln .....    | 682        |
| 7.8.6      | Praktische Aspekte der TA .....                                                         | 683        |
| <b>7.9</b> | <b>Elektronische Nase und Zunge .....</b>                                               | <b>687</b> |
|            | <i>K. Morozova, M. Scampicchio</i>                                                      |            |
| 7.9.1      | Elektronische Nasen .....                                                               | 688        |
| 7.9.1.1    | Olfaktorische Wahrnehmungsprinzipien .....                                              | 688        |
| 7.9.1.2    | Klassifizierung der elektronischen Nasen .....                                          | 689        |
| 7.9.1.3    | Anwendungsbeispiele .....                                                               | 691        |
| 7.9.2      | Elektronische Zunge .....                                                               | 694        |
| 7.9.2.1    | Grundlagen .....                                                                        | 694        |
| 7.9.2.2    | Klassifizierung der Messmethoden .....                                                  | 695        |
| 7.9.2.3    | Anwendungsbeispiel .....                                                                | 698        |
| 7.9.3      | Schlussbetrachtung .....                                                                | 699        |
|            | <b>Stichwortverzeichnis .....</b>                                                       | <b>703</b> |