L. W. Kroh / R. Matissek / S. Drusch

Angewandte instrumentelle Lebensmittelanalytik

BEHR'S...VERLAG

Bibliografische Information der Deutschen Nationalbibliothek

Die Deutsche Nationalbibliothek verzeichnet diese Publikation in der Deutschen Nationalbibliografie; detaillierte bibliografische Daten sind im Internet über http://dnb.dnb.de abrufbar.

ISBN 978-3-95468-651-3

© Behr's GmbH · Averhoffstraße 10 · 22085 Hamburg

Tel. 0049/40/22 70 08-0 · Fax 0049/40/220 10 91
E-Mail: info@behrs.de · Homepage: http://www.behrs.de

4. Auflage 2020

Bei der 4. Auflage handelt es sich um die Fortsetzung des von Werner Baltes begründeten und mit Lothar W. Kroh gemeinsam herausgegebenen Buches zu Lebensmittelanalytik unter dem Titel „Schnellmethoden".

Alle Rechte – auch der auszugsweisen Wiedergabe – vorbehalten. Herausgeber und Verlag haben das Werk mit Sorgfalt zusammengestellt. Für etwaige sachliche oder drucktechnische Fehler kann jedoch keine Haftung übernommen werden.

Geschützte Warennamen (Marken) werden nicht besonders kenntlich gemacht. Aus dem Fehlen eines solchen Hinweises kann nicht geschlossen werden, dass es sich um einen freien Warennamen handelt.

Aus Gründen der besseren Lesbarkeit wird auf die gleichzeitige Verwendung männlicher und weiblicher Sprachformen verzichtet, sondern die männliche Sprachform gewählt. Sämtliche Personenbezeichnungen gelten selbstverständlich gleichermaßen für alle Geschlechter.

Vorwort zur 4. Auflage

Seit dem Erscheinen der letzten, der 3. Auflage des Buches, sind über 10 Jahre vergangen, ein Zeitraum der eigentlich viel zu lang ist, um der schnellen Entwicklung der Analytischen Chemie, die nach wie vor auch von einer großen inhaltlichen Dynamik geprägt ist, durch ein Fachbuch Rechnung zu tragen. Hier stellt sich natürlich die Frage, ob *ein* Fachbuch das bei der ständig zunehmenden Diversität und Komplexität analytischer Fragestellungen heute überhaupt noch leisten kann.

Wir haben uns entschieden, dass wir das Buch zuerst dem Anspruch eines Kompendiums der Behandlung moderner Analysenmethoden von Lebensmitteln, Bedarfsgegenständen und kosmetischen Mitteln gerecht werden soll. Die Entwicklung präziser und spezifischer Methoden, allem voran die Vernetzung von Analysentechniken und die Entwicklung von Methodenkombinationen oder die Miniaturisierung von Analysensystemen werden stetig weiter vorangetrieben. Besonders die Kombination von Aufbereitungsmethoden, dem „clean up", mit hochpräzisen Messprinzipien und die damit angestrebte Automatisierung ganzer Analysensysteme stehen im Mittelpunkt des aktuellen Entwicklungstrends. Die jetzt vorliegende Auflage wurde um einige aktuelle Themen wie neuen Isotopentechniken und die Raman-Spektroskopie erweitert. Ebenso spielen die modernen Kopplungstechniken eine breitere Rolle als in der vorhergehenden Auflage und auch den modernen molekularbiologischen Methoden wurde Raum für die Darstellung ihrer praxisnahen Anwendung gegeben. Trotz der klaren Praxisorientierung des Buches haben wir nicht auf die Vermittlung von theoretischer Grundlagen verzichtet, wie sie beispielsweise für die Chromatographie im Kapitel der klassischen HPLC und HPLC-MS abgehandelt wird. Die Kombination chromatographischer Trennprinzipien zwischen Hochleistungschromatographie und Gaschromatographie und ihre Kopplung mit spektroskopischen Methoden ist gerade in den letzten Jahren für die Analyse von sekundären Pflanzenstoffen oder die Bestimmung von Mineralölfraktionen in Lebensmitteln entwickelt und eingesetzt worden. Daher ist das Buch sowohl für Anwender*innen in den Handelslaboratorien und in der Überwachung als auch die Praktiker*innen von modernen Analysentechniken sowie Studierende von Interesse.

Einem Themenkomplex, der bereits in der 3. Auflage einen ersten Eingang in das Buch gefunden hat, wird mehr Raum gegeben und wird nun durch das Buch inhaltlich besser abgedeckt: die Methoden zur Bestimmung physikalischer und funktioneller Eigenschaften von Lebensmitteln. Damit schließt sich die Lücke zwischen der rein chemisch analytischen Bestimmung von Lebensmittelinhaltsstoffen, von Rückständen oder Kontaminanten und der Beurteilung der Charakteristika von Lebensmittelzutaten und führt zu komplexen Aussagen, die für die Qualitätsbeurteilung von Lebensmitteln herangezogen werden müssen und die zugleich Basis der Entwicklung neuer Lebensmitteln sein können. Erweiterungen stellen z. B. die Kapitel zu Grenzflächeneigenschaften, Laserbeugung und Pulvercharakterisierung dar. Besonderer Wert wurde auch hier auf die praxisnahe Behandlung der einzelnen instrumentellen Techniken gelegt, die mit aktuellen Literaturzitaten kombiniert werden.

Als Konsequenz haben wir uns auch für einen neuen Titel entschieden, der weit über das grundlegende Anliegen der vorherigen Ausgaben hinausgeht. Wir sind überzeugt, dass die Kombination der molekularen analytischen Grundlagen und der Funktionalität die Entwicklung der Lebensmittelwissenschaft in den nächsten Jahren prägen wird und das Buch einen unverzichtbaren Beitrag hierzu leisten wird. Abschließend möchten wir an dieser Stelle allen Autoren für ihr Engagement und ihre Mitarbeit am Buch danken. Durch ihren Sachverstand ist ein Fachbuch entstanden, das die anwendungsorientierte instrumentelle Analytik von Lebensmitteln in ihrer großen Breite repräsentiert und wir hoffen, dass wir mit der neuen Auflage viele neue Leser und Interessierte dazugewinnen werden.

Berlin, im Frühjahr 2019

Lothar W. Kroh, Reinhard Matissek, Stephan Drusch

Herausgeber und Autoren

Herausgeber

Prof. Dr. Lothar W. Kroh, Technische Universität Berlin, Institut für Lebensmitteltechnologie und Lebensmittelchemie, Berlin

Prof. Dr. Reinhard Matissek, Lebensmittelchemisches Institut des Bundesverbandes der Deutschen Süßwarenindustrie, Köln

Prof. Dr. Stephan Drusch, Technische Universität Berlin, Institut für Lebensmitteltechnologie und Lebensmittelchemie, Berlin

Autoren

Dr. Erik Becker, Institut Kirchhoff Berlin, Berlin

Christoph Beer, GfL Gesellschaft für Lebensmittel-Forschung mbH, Berlin

Dagmar Behmer, Bruker Optik GmbH, Ettlingen

Dr. Peter Behnisch, BioDetection Systems b.v., Amsterdam

Prof. Dr. Brouwer, CEO BioDetection Systems bv, Amsterdam

Prof. Dr. Stephan Drusch, Technische Universität Berlin, Institut für Lebensmitteltechnologie und Lebensmittelchemie, Berlin

Dr. Ulrike Einhorn-Stoll, Technische Universität Berlin, Institut für Lebensmitteltechnologie und Lebensmittelchemie, Berlin

Dr. Susanne Esslinger, Bundesinstitut für Risikobewertung, Berlin

Dr. Carsten Fauhl-Hassek, Bundesinstitut für Risikobewertung, Berlin

Dr. Thorsten Fiedler, GfL Gesellschaft für Lebensmittel-Forschung mbH, Berlin

Dr. Frederik Fleissner, Anton Paar GmbH, Graz

Prof. Dr. Hajo Haase, Technische Universität Berlin, Institut für Lebensmitteltechnologie und Lebensmittelchemie, Berlin

Dr. Ilka Haase, Eurofins Medigenomix GmbH, Ebersberg

Dr. Katja Hartmann, Anton Paar GmbH, Ostfildern

Mikko Hofsommer, GfL Gesellschaft für Lebensmittel-Forschung mbH, Berlin

Dr. Thomas Homann, Universität Potsdam, Institut für Ernährungswissenschaft, Nuthetal

Dr. Gerd Huschek, IGV-Institut für Getreideverarbeitung GmbH, Nuthetal

Katrin Janßen, Lebensmittelchemisches Institut des Bundesverbandes der Deutschen Süßwarenindustrie, Köln

Dr. Detlef Jensen, Ingelheim

Dr. Clemens Kanzler, Institut für Lebensmitteltechnologie und Lebensmittelchemie, Technische Universität Berlin, Berlin

Dr. Martin Kaufmann, Technische Universität Berlin, Institut für Lebensmitteltechnologie und Lebensmittelchemie, Berlin

Prof. Dr. Lothar W. Kroh, Technische Universität Berlin, Institut für Lebensmitteltechnologie und Lebensmittelchemie, Berlin

Prof. Dr. Reinhard Matissek, Lebensmittelchemisches Institut des Bundesverbandes der Deutschen Süßwarenindustrie, Köln

Dr. Reinhard Miller, Max-Planck-Institut für Kolloid- und Grenzflächenforschung, Potsdam

Dr. Christian Moitzi, Anton Paar GmbH, Graz

Dr. Ksenia Morozova, Freie Universität Bozen, Fakultät für Naturwissenschaften und Technik, Bozen

Prof. Dr. Gertrud Morlock, Justus Liebig University Gießen, Gießen

Dr. Marco Nestola, Axel Semrau GmbH & Co. KG, Sprockhövel

Dr. Andreas Niemöller, Bruker Optik GmbH, Ettlingen

Kartik Pondicherry, Anton Paar GmbH, Graz

Dr. Marion Raters, Lebensmittelchemisches Institut des Bundesverbandes der Deutschen Süßwarenindustrie, Köln

Prof. Dr. Harshadrai Rawel, Universität Potsdam, Institut für Ernährungswissenschaft, Nuthetal

Elke Riedl, Anton Paar GmbH, Graz

Dr. Manol Roussev, WESSLING GmbH, Berlin

Florian Rummel, Anton Paar GmbH, Ostfildern-Scharnhausen

Prof. Dr. Matteo Scampicchio, Freie Universität Bozen, Bozen

Dr. Sebastian Schalow, Technische Universität Berlin, Institut für Lebensmitteltechnologie und Lebensmittelchemie, Berlin

Prof. Dr. Friedrich W. Scheller, Universität Potsdam, Potsdam-Golm

Dr. Franz-Josef Schmitt, Technische Universität Berlin, Institut für Chemie, Berlin

Dr. Julia Schnapka, Lebensmittelchemisches Institut des Bundesverbandes der Deutschen Süßwarenindustrie, Köln

Dr. Rudolf J. Schneider, Bundesanstalt für Materialprüfung und -forschung, Berlin

Dr. Denis Schütz, Anton Paar GmbH, Graz

Dr. Anna Stauff, Lebensmittelchemisches Institut des Bundesverbandes der Deutschen Süßwarenindustrie, Köln

Dr. Martin Steinhaus, Deutsche Forschungsanstalt für Lebensmittelchemie, Freising

Dr. Bernd Thierfelder, Phenomenex Ltd. Deutschland, Aschaffenburg

Dr. Axel Warsinke, BST Bio Sensor Technology GmbH, Berlin

Prof. Dr. Reiner Wittkowski, Bundesinstitut für Risikobewertung, Berlin

Inhaltsverzeichnis

Vorwort zur 4. Auflage V

Herausgeber und Autoren VII

Herausgeber VII

Autoren VII

1 Methoden in der analytischen Chemie 1

R. Matissek, K. Janßen, L. W. Kroh

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

2 Methoden der schnellen Probenvorbereitung – „Clean-Up" ... 13
M. Raters, B. Thierfelder

2.1 Einleitung ... 13

2.2 Festphasenextraktion ... 13
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

2.3 Solid-Phase Microextraction (SPME) ... 26
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

2.4 Anwendungsbeispiele für die Praxis ... 31
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
H. Haase
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
Chr. Beer, M. Hofsommer
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

4	**Chromatographische Methoden und fortschrittliche Kopplungen**	**77**
4.1	**Instrumentelle Hochleistungs-Dünnschichtchromatographie mit Multidetektion (HPTLC)**	**77**
	G. Morlock	
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
4.2	**Gaschromatographie (GC)**	**113**
4.2.1	**Klassische GC und GC-MS**	**113**
	Th. Fiedler, M. Hofsommer	
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
4.2.2	**Kopplung – GCxGC und Massenspektrometrie**	**131**
	J. Schnapka	
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

4.2.3 Kopplung – LC-GC 149
M. Nestola, A. Stauff, E. Becker
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

4.2.4 Gaschromatographie-Olfaktometrie (GC-O) 169
M. Steinhaus
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

4.3 Liquidchromatographie (LC) 205

4.3.1 „Klassische" HPLC und die Kopplung LC-MS/MS (APCI, ESI) 205
M. Roussev
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

4.3.2 LC-TOF(time of flight)-MS 281
H. Rawel, G. Huschek, T. Homann
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

4.3.3 **Bestimmung polarer und ionischer Lebensmittelinhaltsstoffe** 311
D. Jensen
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

5 Spektroskopische Methoden 343

5.1 **Infrarot-Spektroskopie – Anwendung der NIR in der Lebensmittelindustrie** 343
A. Niemöller, D. Behmer
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

5.2 Raman-Spektroskopie: Spektrometer ... 387
F.-J. Schmitt
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

5.2.3 Raman-Spektroskopie: Technologie ... 397
F. Fleissner
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

5.3 Kernresonanz-Spektroskopie ... 409

5.3.1 NMR Spektroskopie: Strukturaufklärung ... 409
M. Kaufmann, L. W. Kroh
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

5.3.2 NMR Spektroskopie: Analyse von Lebensmitteln ... 433
C. Fauhl-Hassek, R. Wittkowski, S. Esslinger
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}H NMR-Spektroskopie ... 439
5.3.2.2.2 ^{13}C NMR-Spektroskopie ... 440
5.3.2.2.3 ^{2}H NMR-Spektroskopie ... 440
5.3.2.3 Anwendung der NMR-Spektroskopie in der Analytik von ausgewählten 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}H NMR-Spektroskopie ... 450
5.3.2.4 Zusammenfassung und Ausblick ... 452

5.4 Elektronenspinresonanz-Spektroskopie (ESR) ... 459
C. Kanzler, L. W. Kroh
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
5.4.5.4 Messung von Metallkomplexen ... 471
5.4.5.5 Anwendung von Spin-Sonden ... 472
5.4.6 Auswertung ... 473

6 Biochemische Methoden ... 477

6.1 Immunchemische Methoden ... 477
R. J. Schneider
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 Immunaffinitätschromatographie ... 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

6.2 Molekularbiologische Methoden ... 501
I. Haase

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 $MgCl_2$-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

6.3 Enzymatische Methoden, Biosensoren/biomimetische Sensoren 519
A. Warsinke, F. W. Scheller
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

6.4 Effektbasierte und bioanalytische Schnelltests 553
P. Behnisch, A. Brouwer
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

7 Methoden zur Ermittlung funktioneller Eigenschaften von Lebensmitteln ... 577

7.1 Wassergehalt, Wasseraktivität und Wasseraufnahme von Lebensmitteln ... 577
S. Schalow

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

7.2 Rheologie ... 593
F. Rummel

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

7.3 Tribologie ... 615
K. Pondicherry

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

7.4 Laserbeugung, dynamische Lichtstreuung und elektrophoretische Lichtstreuung ... 621
C. Moitzi
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

7.5 Grenzflächeneigenschaften ... 637
R. Miller
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 Tropfenprofiltensiometrie ... 642
7.5.2.4 Kapillardrucktensiometrie ... 643
7.5.2.5 Vergleich von Oberflächenspannungen gemessen nach der Tropfen- 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

7.6 Strukturcharakterisierung von Feststoffen und Pulvern ... 655
S. Drusch
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

7.7 Messen von Pulvern und Schüttgütern ... 665
E. Riedl, K. Hartmann, D. Schütz
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

7.8 Thermische Analyse 671
U. Einhorn-Stoll
7.8.1 Begriffe und Grundoperationen der TA 672
7.8.2 Thermogravimetrie TG und Differentialthermogravimetrie DTG 674
7.8.3 Dynamische Differenzkalorimetrie (DDK = Diffential Scanning Calorimetry) DSC 676
7.8.4 Simultane thermische Analyse (STA) 681
7.8.5 Ausblick auf den weiteren Einsatz der TA zur Untersuchung von Lebensmitteln 682
7.8.6 Praktische Aspekte der TA 683

7.9 Elektronische Nase und Zunge 687
K. Morozova, M. Scampicchio
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

Stichwortverzeichnis 703