

Zur Bestimmung reduzierender Zucker, z.B. in Pflanzenextrakten, wird das von M. Lever (Anal. Biochem. 47, 273 (1972); vgl. diese Z. 264, 64 (1973)) vorgeschlagene spektralphotometrische Verfahren mit p-Hydroxybenzoesäurehydrazid (HBSH) in alkalischer Lösung als farb-bildendem Reagens empfohlen. Gegenüber der Arbeitsvorschrift von Lever werden jedoch die Konzentrationen in der Reagenslösung wie folgt abgeändert: Man mischt gleiche Volumina einer 2%igen HBSH-Lösung in 0,5 M HCl und 3 M NaOH. Zur Bestimmung mischt man 2 ml Reagens mit 1 ml Probelösung, erhitzt 5 min im siedenden Wasserbad, kühlt 15 - 20 sec im Eisbad und photometriert bei 410 nm. Die Toleranz für die Anwesenheit von Ethanol (im Pflanzenextrakt) geht bis max. 40%. Störungen wurden nur bei Anwesenheit von Chloroform sowie hohen Protein- und Calciumkonzentrationen beobachtet. Das Verfahren kann sowohl für den Makro- wie auch Mikrobereich eingerichtet werden. - Anal. Chim. Acta 128, 195 - 205 (1981). Botany School, South Parks Road, Oxford (GB)

W. Czysz

Rapid method of analyzing phenolic compounds in pinus elliotti using high-performance liquid chromatography. B.A. Charpentier and J.R. Cowles.

In jungen Piniensproßlingen werden Phenolderivate durch HPLC bestimmt. Je g Probe wird zunächst mit 25 ml 2 N HCl 45 min bei 100°C extrahiert. Nach dem Abkühlen wird 2 mal mit dem gleichen Volumen Ethylacetat extrahiert. Die vereinigten organischen Extrakte werden eingedampft, der phenolhaltige Rückstand wird mit Methanol aufgenommen. Die Säule (300 x 4 mm) wird mit μ -Bondapak C₁₈ gefüllt, eine Vorsäule wird mit Octadecylsilan ausgekleidet. Die mobile Phase enthält Wasser/Acetonitril/Essigsäure im Verhältnis 85:10:5 bis 70:30:0. Die Messung am Flüssigkeitsaustritt erfolgt bei 254 nm. Durch Vergleich mit insgesamt 22 Standardsubstanzen konnten die einzelnen Verbindungen identifiziert werden. - J. Chromatogr. 208, 132 - 136 (1981). Dept. Biol., Univ. Houston, TX (USA)

G. Denk

2.6 Lebensmittel

Spectrophotometric determination of vanadium(V) with oxine in isoamyl alcohol. P. Bermejo-Barrera, A. Bermejo-Barrera and F. Bermejo-Martinez.

Mikromengen von V(V) in Lebensmitteln (Kartoffeln, Fische) werden spektrometrisch in Form des Komplexes mit 8-Hydroxychinolin bestimmt. Die Probe wird nach F. Bermejo-Martinez (Anal. Fis. Quim. 42, 1075 (1946)) aufgeschlossen und in einen 25 ml-Meßkolben gegeben. Der pH-Wert wird mit H₂SO₄ (0,004 M) auf 3,5 eingestellt. Es werden 5 ml 0,5% 8-Hydroxychinolin zugesetzt und der gebildete Komplex mit Isoamylalkohol extrahiert. Die optische Dichte des Extrakts wird bei 450 nm gemessen und anhand von Eichkurven ausgewertet. Die Beer'sche Regel gilt im Konzentrationsbereich 0,5 - 4,0 μ g V(V)/ml. Bei Benutzung einer 10 ml-Zelle können 0,005 μ g V(V) nachgewiesen werden. - Microchem. J. 25, 458 - 464 (1980). Dept. Anal. Chem., Fac. Chem., Univ. Santiago de Compostela (E)

J. Eliassaf

Resolution of ascorbic, dehydroascorbic and diketogulonic acids by paired-ion reversed-phase chromatography. J.W. Finley and E. Duang.

Ascorbinsäure und ihre Derivate Dehydroascorbinsäure und 2,3-Diketogulonsäure können in Nahrungsmitteln durch Hochleistungs-Chromatographie gleichzeitig bestimmt werden. Als stationäre Phase dient μ -Bondapak C₁₈, als mobile Phase eine 0,008 M Lösung von Na₂HPO₄, die 0,7 ml Tri-n-butylamin/l enthält. Mit 4 M Phosphorsäure wird pH 5,3 eingestellt. Diese Lösung wird nach Zugabe der Probe mit einer Geschwindigkeit von 0,7 ml/min durch die Säule (30 x 0,39 cm) gepumpt. In der austretenden Flüssigkeit wird die Lichtabsorption bei 254 nm (Ascorbinsäure) bzw. 210 nm für die beiden Derivate gemessen. Die Säuren treten in der Reihenfolge Ascorbinsäure, Dehydroascorbinsäure, Diketogulonsäure aus. Die Analyse kann in 15 min durchgeführt werden. - J. Chromatogr. 207, 449 - 453 (1981). USDA-SEA-WRRC, Berkeley, CA (USA)

G. Denk

Hochdruckflüssigkeits-chromatographische Bestimmung von Hesperidin in Orangensäften. R. Galensa und K. Herrmann.

Im Gegensatz zur Davis-Methode liefert die Bestimmung des Hesperidingehaltes durch HPLC exakte Aussagen über den tatsächlichen Gehalt. 25 ml homogenisierter Saft werden mit Petrolether ausgeschüttelt, die wäßrige Lösung auf eine Polyamidsäure (17 x 3 cm) gegeben, mit 500 ml H₂O gewaschen, mit 500 ml CH₃OH eluiert und das Eluat zur Trockne gebracht. Der Rückstand wird acetyliert, die Flavonoidacetate werden mit kaltem H₂O gefällt, 1 - 2 h im Kühlschrank gelassen, über G-4 Fritte abgesaugt, mit H₂O gewaschen, trocken gesaugt und in einen Meßkolben eluiert. Hieraus werden definierte Mengen entnommen, mit Robininacetat bzw. Naringinacetat als Standard versetzt und die HPLC-Bestimmung durchgeführt. Als Säulenfüllmaterial wird nichtmodifiziertes Kieselgel benutzt. Bei Verwendung von Robininacetat als Standard dient Benzol/Acetonitril (85:20), bei Verwendung von Naringinacetat dient Isooctan/Ethanol/Acetonitril (70:16:5,5) als Fließmittel. Die Wiederfindungsrate für Hesperidin beträgt 92,5 \pm 4%, die Nachweisgrenze liegt für 312 nm bei 200 ng, für 270 nm bei 60 ng. - Deut. Lebensm.-Rundschau 76, 270 - 273 (1980). Lehrgeb. Lebensm.chem., Univ. Hannover (D)

B. Steinhagen-Zapp

Enzymatische Lebensmittelanalytik. E. Krüger und A. Nordmann.

Zur Bestimmung von Essigsäure, Citronensäure, L-Milchsäure, Glycerin, Ethanol, Saccharose, Glucose, Fructose und L-Apfelsäure in Bier, Apfelsaft und Citronenkonzentrat wird die Verwendung des digitalen Spektrallinien-Photometers LP6A mit Mikrocomputer, Mikroprozessor und Hg-Hochdruckstrahler empfohlen. Gearbeitet wurde nach den Vorschriften „Methoden der enzymatischen Lebensmittelanalytik“ (Boehringer Mannheim). Im einzelnen werden Gerät und Arbeitsschritte beschrieben. In Tabellen werden die Meßwerte sowie die Genauigkeit und der Zeitaufwand der Methoden veranschaulicht. - Laborpraxis 1981(1-2), 20 - 23. Techn. Univ. Berlin, Inst. Fermentation u. Brauwesen, Berlin (D)

D. Rittweger

Analytische Ergänzungsuntersuchungen über Schaumstabilisierungsmittel.

M. Benard, M. Nicolaidis und R. Scriban.

Als wichtige Schaumeigenschaften des Bieres werden die Feinheit, das Zusammensinken und die Adhäsion an der Wand des Glases angegeben. Spuren von Eisen- und Cobaltsalzen, sowie Alginat spielen für die Schaumeigenschaften eine wichtige Rolle. Ein unerlaubter Zusatz von Eisensalzen kann bei einem festgestellten Eisengehalt > 0,5 mg/l Fe angenommen werden. Das Molekulargewicht der Alginate wird mit 30000 und 20000 (Mannuron- und Guronsäuren) angegeben. In einer neuen Analyse-methode wird für die Alginatbestimmung die Dialyse durch die Ultrafiltration („Bio Molecular Dynamics“) ersetzt. Ein „Pseudoalginat“ wurde in einem Bier durch Interferenzmessungen festgestellt (20 mg/l). Extinktionsmessungen wurden bei 670 nm durchgeführt. Das „Pseudoalginat“ kann durch Pektinase weitgehend entfernt und durch Ca²⁺ ausgefällt werden. Es gibt mit Orcin eine positive grüne Eisenchloridreaktion. - Ann. Fals. Exp. Chim. 74, 29 - 40 (1981). Dept. Biotechn. E.N.S.I.A., Douai (F)

F. Knorr

Zur Analytik phenolischer Verbindungen im Bier. G. Leupold und F. Drawert.

Es werden Methoden zur Bestimmung der gesamten phenolischen Verbindungen („Global-Bestimmungsmethoden“) in Bier, Methoden zur Bestimmung einzelner Phenol-(Gerbstoff-)Fraktionen sowie spezifische dünnschicht- und gas-chromatographische Verfahren zur quantitativen Bestimmung von Einzelsubstanzen nach vorheriger Gruppentrennung der Phenole aus Bier in ihrem analytischen Aussagewert kritisch abgeschätzt. Vor allem Globalmethoden sind störanfällig; sie erfassen Polyphenole verschiedener Strukturen mit unterschiedlichen Ausbeuten, aber auch nichtphenolische Bierinhaltsstoffe als Störsubstanzen. Nach entsprechender Korrektur (Entfernung der Störsubstanzen mittels eines PVPP-Säulenverfahrens nach F. Drawert et al.: Chem. Mikrobiol. Technol. Lebensm. 5, 65 (1977); vgl. diese Z. 287, 388 (1977)) erweist sich beim Vergleich zwischen der EBC- und einer modifizierten Singelton-Methode (Folin-Ciocalteu-Reagens) letztere als besser geeignet für die Bestimmung der Gesamtphenole im Bier. - Brauwissenschaft 34, 205 - 210 (1981). Inst. Lebensm. Technol. u. Anal. Chem., TU München, Freising-Weihenstephan (D)

W. Czysz

Determination of fixed organic acids in musts and wines by gas chromatography. A. Bertrand and R. Triquet-Pissard.

Acids were chromatographed as methyl esters. Peak height ratios to β -phenyl lactic acid internal standard generally showed standard deviations of 2 - 5% of mean for lactic, succinic, citramalic, malic, tartaric and citric acids. — *Procedure.* Polyols and sugars were removed by passing over a column (20 x 1 cm) of Biorad LX8 (50 - 100 mesh) in formate form. After passing 100 - 200 ml H₂O, the acids were eluted with 250 ml 6 M HCOOH, methylated with HCl/CH₃OH and chromatographed on 1 m x 3 mm glass column packed with FFAP on Gas Chrom Q (80 - 100 mesh) with N₂ carrier, temperature programming 40 - 180°C at 4 K min⁻¹ and FID. — *Ann. Fals. Exp. Chim.* 73, 623 - 633 (1980). Inst. Oenologie, Univ. Bordeaux (F) J.S. Dunnett

Identification and determination of volatile constituents in Burgundy Pinot noir wines. P. Schreier, F. Drawert and K.O. Abraham.

Using standard controlled liquid-liquid extraction, adsorption chromatography on silica gel and coupled gas chromatography-mass spectrometry, the aroma composition of ten Burgundy Pinot noir wines from different vintages (1961 - 1976) was investigated. Quantitative gas chromatography was also carried out, and totally 65 volatile constituents were quantified. The aroma extracts possessed the characteristic flavour of Burgundy Pinot noir wines. However, none of the individual aroma components was responsible for the full body flavour of these wines. — *Lebensmitt.-Wiss. Technol.* 13, 318 - 321 (1980). Inst. Lebensm.technol. Anal. Chem., TU München, Freising-Weihenstephan (D)

Role of water in qualitative and quantitative determination of polymethoxylated flavones by straight-phase high-performance liquid chromatography. Application to orange peel oils. J.P. Vianchini and E.M. Gaydou.

Die Trennung von 17 polymethoxylierten Flavonen wird durch geradphasige Flüssigkeits-Chromatographie auf einer LiChrosorb SI 60 Säule untersucht. Von den untersuchten mobilen Phasen erhält man mit n-Heptan/Ethanol (75:25) und n-Heptan/Isopropanol (60:40) mit Wasserkonzentrationen von 0,05 - 0,02% die besten Trennergebnisse. Der Nachweis der Flavone erfolgt bei 254, 280 und 365 nm. Die Nachweisgrenzen liegen zwischen 5 und 10 µg. Das Verfahren wird zur quantitativen Bestimmung von polymethoxylierten Flavonen in Orangenschalen eingesetzt. — *J. Chromatogr.* 211, 61 - 78 (1981). Ecole Supérieure, Chim. Marseille, Univ. Saint-Jerome, Marseille (F) R.H. Sterzel

Quantitative analysis of psilocybin and psilocin in psilocybe baecystis (Singer and Smith) by high-performance liquid chromatography and by thin-layer chromatography. M.W. Beug and J. Bigwood.

Psilocybin und Psilocyn, im Pilz Psilocybe Baecystis vorkommend, können durch Hochleistungs-Flüssig-Chromatographie oder durch Dünnschicht-Chromatographie bestimmt werden. Der Pilz wird nach der Gefriertrocknung bei -50° oder -60°C aufbewahrt. 250 mg des getrockneten Pulvers werden bei Raumtemperatur 12 h mit 7 ml Methanol gerührt. Nach Filtration und Waschen mit Methanol wird auf 10 ml aufgefüllt. Für die Flüssigkeits-Chromatographie werden 10 µl in die mit μ -Bondapak gefüllte Säule gegeben. Als Lösungsmittel dient eine Mischung aus Wasser/Methanol (75:25) oder Wasser/Acetonitril (75:25), welche 0,05 M an Heptansulfonsäure ist und mit Essigsäure auf pH 3,5 gebracht wird. Bei der Dünnschicht-Chromatographie wird Silicagel 60 F254 (Merck) in einer Schichtdicke von 0,25 mm auf die Glasplatte gebracht. Man läßt die Lösungsmittelfront 15 cm wandern. Von den untersuchten Lösungsmittelgemischen eignet sich Butanol/Essigsäure/Wasser (12:3:5) am besten. Um die Flecken sichtbar zu machen, wird die getrocknete Platte mit UV-Licht bestrahlt oder mit Ehrlichs Reagens besprüht. Mit Standardsubstanzen werden Eichkurven aufgenommen. Vergleichsversuche zeigen, daß 90 ± 5% gefunden werden. — *J. Chromatogr.* 207, 379 - 385 (1981). The Evergreen State College, Olympia, WA (USA) G. Denk

High-performance liquid chromatography of the mycotoxin sterigmatocystin and its application to the analysis of mouldy rice for sterigmatocystin. R. Schmidt, J. Mondani, E. Ziegenhagen and K. Dose.

Sterigmatocystin, welches auf schimmeligem Reis und anderen Lebensmitteln vorkommt, ist toxisch. Zu seiner Bestimmung wird die Probe mit einem Gemisch aus Acetonitril und Wasser, welches 4% KCl enthält,

extrahiert. Die Lösung wird mit n-Hexan und Chloroform ausgeschüttelt. Nach Verdampfen des Lösungsmittels wird der Rückstand in Methanol gelöst. 200 µl dieser Lösung werden zur Trennung auf Sep-Pak C18, Cartidge gegeben. Eluiert wird mit 3 ml 50%igem Methanol. Das auf der Säule bleibende Sterigmatocystin wird mit 10 ml Wasser/Methanol (6:4) eluiert. Nach Filtration wird die Lösung über μ -Bondapak C18 (30 x 0,4 cm) mit einer Geschwindigkeit von 1 - 1,5 ml/min gepumpt, wobei das Mischungsverhältnis innerhalb 10 min auf 7:3 geändert wird. Die mittlere Rückhaltezeit beträgt etwas 12 min. An der Austrittsstelle wird die Konzentration spektrophotometrisch bei 246 nm gemessen. Die Fehler liegen bei 4%. — *J. Chromatogr.* 207, 435 - 438 (1981). Inst. Biochem., Univ. Mainz (D) G. Denk

Gas chromatographic determination of propionic acid in bread and cake. K. Isshiki, S. Tsumura and T. Watanabe.

A simple and accurate method is presented for GLC determination of propionic acid in bakery products. Propionic acid is extracted with a mixture of dichloromethane and formic acid to which isobutyric acid has been added as an internal standard. The extract is injected directly into the GLC system. A glass column packed with 5% NP-1000 is used. The simplicity and convenience of the method make it suitable for routine determination. — *J. Assoc. Off. Anal. Chem.* 64, 280 - 281 (1981). Munic. Inst. Environ. Health Sci., Kitakyushu (J)

High pressure liquid chromatographic determination of phenol in honey. P. Sporns.

An internal standard, 2-phenylethanol, was added to honey which was steam-distilled and chromatographed on a 25 cm x 3.2 mm i.d. Spherisorb 5 µm silicic acid column using water as the mobile phase. Absorbance was monitored at 195 nm. Using a mixed standard of known concentration and peak height measurements, the amount of phenol in the honey could be quantitated. Recovery of added phenol was checked at levels from 0.1 to 33 ppm. — *J. Assoc. Off. Anal. Chem.* 64, 337 - 339 (1981). Alberta Agric., Food Lab. Serv., Edmonton, Alberta (CDN)

Determination of thiamin and riboflavin in meat and meat products by high-pressure liquid chromatography. C.Y.W. Ang and F.A. Moseley.

Thiamin und Riboflavin werden durch HPLC mit Hilfe eines Fluoreszenzdetektors bestimmt. Vor der chromatographischen Trennung wird Riboflavin durch UV-Bestrahlung in Lumiflavin und Thiamin durch Oxidation in Thiochrom umgewandelt. Dazu werden die Fleischproben mit 0,1 N HCl bei 121°C 30 min hydrolysiert, der pH auf 4,0 - 4,5 eingestellt, eine wäßrige Enzymlösung (5% Takadiastase, 10% Papain) zugefügt, bei 42 - 45°C für 2,5 - 3 h inkubiert, das Eiweiß mit 50% TCA-Lösung ausgefällt und 5 min auf dem Dampfbad erhitzt. Der Probenansatz wird verdünnt, gefiltert und kühl aufbewahrt. Die Umwandlung in Lumiflavin bzw. Thiochrom erfolgt nach bekannten Methoden. Zur Chromatographie wird eine Stahlsäule (2,5 mm x 50 cm) mit Spherisorb Silica 20 µm verwendet, die mobile Phase besteht aus 90% CCl₄ und 10% CH₃OH bei einer Durchflußrate von 1,0 ml/min für Thiamin und 0,8 ml/min für Riboflavin. Die Nachweisgrenze liegt bei 0,05 ng für Thiamin und bei 0,02 ng für Riboflavin. Die Wiederfindungsraten betragen 84,4% - 94,2% für Thiamin und 88,1% - 99,9% für Riboflavin. — *J. Agr. Food Chem.* 28, 483 - 486 (1980). Anim. Prod. Comp. Util. Res. Unit, R.B. Russell Res. Cent., Athens, GA (USA) B. Steinhagen-Zapp

Determination of total inorganic arsenic in fish, shellfish and fish products. P.J. Brooke and W.H. Evans.

Die Bestimmung von Arsen in Fisch kann nach Destillation des As aus 6,6 N Salzsäure oder Behandeln der Probe mit Natronlauge, Extraktion des As als Ammonium-Pyrrolidindithiocarbamat-Komplex mit MIBK sowie Rückextraktion und Oxidation zu As(V) erfolgen. In beiden Fällen wird anschließend As in AsH₃ überführt, das atomabsorptionsspektrometrisch unter Verwendung eines flammangeheizten Quarzrohres bestimmt wird. Bei gleichartigen Ergebnissen wird der Destillationsmethode wegen ihrer schnelleren und billigeren Durchführbarkeit der Vorzug gegeben. Für dieses Verfahren wird als Nachweisgrenze 0,02 mg/kg angegeben. Der 95%-Vertrauensbereich beträgt 0,02 mg/kg für Gehalte bis zu 0,1 mg/kg, für höhere Gehalte wird er mit 20% angegeben. In einigen untersuchten natürlichen Proben wurde nie mehr als 0,1 mg anorganisches

As/kg gefunden. Der Anteil des anorganischen As am Gesamt-As variiert zwischen 1 und 5%. – Analyst 106, 514 - 520 (1981). Labor. Gov. Chemist, London (GB) B. Seifert

Gas chromatography combined with mass spectrometry for the identification of organic sulfur compounds in shellfish and fish. M. Ogata and Y. Miyake.

Muschel-Weichteile oder Aal-Fleisch wurden nach M. Ogata et al. (Water Res. 11, 333 (1977)) aufbereitet und extrahiert. Die chromatographisch gereinigten Extrakte sowie CH₃CN-Extrakte von Rohölen wurden mittels GLC und mit Massenspektrometrie oder Massenchromatographie kombinierter GLC bzw. Capillar-GC untersucht. GC-Detektion erfolgte durch FID und flammenphotometrischen Detektor bei 394 nm. Identifiziert wurden durch M⁺-Peaks und +2-Nebenpeaks (entsprechend ³²S und ³⁴S) Benzothiophen und Dibenzothiophen sowie deren methylierte, polymethylierte und alkylierte Derivate. Nachgewiesen wurden noch n-Paraffine, Benzol, Naphthalin, Pyren und deren Alkyl-derivate. Eine Intensitäts-Vergleichsmethode, basierend auf Auswägen ausgeschnittener Peakflächen, wurde entwickelt. – J. Chromatog. Sci. 18, 594 - 605 (1980). Dept. Publ. Health, Okayama Univ. Med. School, Okayama City (J) E. Heinerth

Novel cleanup method for quantitative gas chromatographic determination of trace amounts of di-2-ethylhexyl phthalate in fish lipid. G. Garth Burns, Ch.J. Musical and J.F. Uthe.

Extracts are chromatographed on small alumina:sulfuric acid-impregnated alumina (layered) columns after gel permeation chromatography of the fish lipid extracts on BioBeads SX-3. Quantitative analyses were carried out by electron capture gas chromatography using 2 columns. Spiked DEHP recoveries varied from 79.3% in mackerel to 86.1% in herring. DEHP concentrations were determined in plaice, eel, redfish, herring, cod, and mackerel tissues and ranged from trace (< 0,001 µg/g) to approximately 10 µg/g (wet wt basis). Ethanolic KOH saponification of the purified DEHP fraction, resulting in the disappearance of the DEHP peak, was used as a confirmatory test. Limited studies with dibutyl, di-n-heptyl, and diethyl phthalates suggest that the method can be made more versatile. – J. Assoc. Off. Anal. Chem. 64, 282 - 286 (1981). Dept. Fish. Oceans, Environ. Sci. Lab., Halifax, N.S. (CDN)

A rapid spectrophotometric method for determination of zinc in milk. O.S. Chauhan, B.S. Garg, R.P. Singh and I. Singh.

Als empfindliche spektralphotometrische Reagentien für die Bestimmung von Zink werden die wasserlöslichen heterocyclischen Azofarbstoffe 1-(2',3'-Dihydroxypyridyl-4'-azo)benzol-4-sulfonsäure (DHP-4S) und 1-(5'-Chlor-2',3'-dihydroxypyridyl-4'-azo)benzol-4-sulfonsäure (CPD-4S) empfohlen. Für den Zn-CPD-4S-Komplex werden angegeben: $\epsilon = 1,25 \times 10^5$ bei $\lambda_{\max} = 550$ nm (opt. pH-Bereich 1,5 - 4,0; Beersches Gesetz: 0 - 0,58 ppm); entsprechend für den Zn-DHP-4S-Komplex: $\epsilon = 1,32 \times 10^5$ bei $\lambda_{\max} = 540$ nm (pH 2,5 - 5,0; Beersches Gesetz: 0,055 ppm). Cyanid, Semithiocarbamid und Thiosulfat können als Maskierungsreagentien für eine größere Zahl von Kationen eingesetzt werden. Bei der Bestimmung von Zn in Milch nach diesem Verfahren wurden von zugesetzten 1,60 bzw. 3,25 µg Zn/ml 96 - 103 bzw. 91 - 104% wiedergefunden. – Talanta 28, 399 - 401 (1981). Dept. Chem., Univ. Delhi (IND) W. Czysz

Comparison of radioimmunoassay and enzyme-linked immunosorbent assay for determining aflatoxin M₁ in milk. J.J. Pestka, Y. Li, W.O. Harder and F.S. Chu.

Using a highly specific antibody against aflatoxin M₁, a radioimmunoassay (RIA) and an enzyme-linked immunosorbent assay (ELISA) were developed for the quantitation of M₁ in milk. RIA was sensitive in the range of 5 - 50 ng per assay but was subject to interference by whole milk. Extraction and cleanup were therefore necessary for the detection of M₁ in milk at 0.5 ng/ml. An ELISA procedure was developed by using an aflatoxin M₁-carboxymethyl-horseradish peroxidase conjugate as the ligand. Competitive assays revealed that this system was relatively more sensitive for M₁ than for B₁, and had a much lower degree of cross-reactivity for aflatoxins B₂, G₁, G₂, B_{2a}, and aflatoxicol. As low as 0.25 ng M₁/ml in artificially contaminated milk (raw, whole, skim) could be detected by ELISA in 3 h without extraction or cleanup. Because of

its simplicity, sensitivity, and specificity, ELISA is the preferred method for monitoring aflatoxin M₁ in milk. – J. Assoc. Off. Anal. Chem. 64, 294 - 301 (1981). Univ. Wisconsin, Food Res. Inst., Madison, WI (USA)

Identification of carbonyl compounds in transesterified fats. Detection in milk fat. M. Martin-Lomas, R. Martinez-Utrilla, I. Martinez-Castro and M. Juarez.

Eine Methode, um umgeesterte Fette in natürlichen Fetten, insbesondere Milchfetten durch gas-chromatographische Bestimmung von Mono- und Diketonen nachzuweisen. Umgeesterte Fette enthalten Mono- und Di-Ketone, die nach Vorreinigung an einer Kieselsäuresäule in einem Perkin-Elmer F11 Gas-Chromatographen mit Glas-Säule (3% SE-30 auf Chromosorb G 80 - 100 mesh) bei 290°C mit N₂ als Trägergas quantitativ bestimmt werden können. Untersuchungen an Testgemischen zeigen, daß die nichtglyceridische Fraktion vorwiegend α -Diketone enthält, während die Monoketone in der unverseifbaren Fraktion enthalten sind. – Fette, Seifen, Anstrichmittel 83, 7 - 10 (1981). Inst. Quim. Org. Gen., Madrid (E) U. Baumann

Gas-liquid chromatographic detection and determination of diacetyl tartaric acid ester of diglyceride in dairy and nondairy coffee cream powders. T. Inoue, M. Iwaida, Y. Ito and Y. Tonogai.

Diacetyl tartaric acid ester of diglyceride was directly extracted from dairy or nondairy coffee cream powder under acidic conditions with ethyl acetate; then the extract was saponified with methanolic potash. After acidification with HCl, free fatty acid was removed with ether and the reaction mixture was adsorbed on an anion exchange column. Tartaric acid was eluted with 2 N HCl-acetone (1+1). An aliquot of the TMS derivative of the eluate was injected into a gas chromatograph with FID and a 1.5% SE-30 column. Recoveries of diacetyl tartaric acid ester of diglyceride at 50, 200, and 2000 ppm were 85.6 - 99.5%. – J. Assoc. Off. Anal. Chem. 64, 276 - 279 (1981). Nat. Inst. Hyg. Sci., Osaka (J)

Quantitative UV-densitometrische und fluorodensitometrische Analyse von Mycophenolsäure auf Dünnschichtplatten. G. Engel.

Mycophenolsäure, die in Penicilliumarten vorkommen kann und toxische Wirkung hat, wird durch Dünnschicht-Chromatographie auf Kieselgelplatten G 1500 (Schl. u. Sch.) mit Ether/n-Hexan/ Ameisensäure (60:20:0,4) als Laufmittel abgetrennt. Man läßt die Lösungsmittelfront 15 cm wandern und läßt dann in der geschlossenen Kammer NH₃ einwirken. Bei Bestrahlung mit langwelligem UV tritt blaue Fluoreszenz auf. Nach Behandlung mit 1%iger FeCl₃-Lösung bilden sich im Tageslicht sichtbare graubraune Flecken. Zur quantitativen Bestimmung kann u.a. die UV-Remission bei 250 und 300 nm unter Vergleich mit Standardflecken dienen. Zur Kontrolle kann auch die Fluoreszenz gemessen und mit bekannten Werten verglichen werden. Das Verfahren dient zum Nachweis und zur Bestimmung von Mycophenolsäure in Edelschokolade. – J. Chromatogr. 207, 430 - 434 (1981). Inst. Mikrobiol., Bundesanst. Milchworsch., Kiel (D) G. Denk

High-performance liquid chromatographic separation of the fat-soluble vitamins in cod liver oil and feeds. R.R. Elton-Bott and C.I. Stacey.

Zur Bestimmung fettlöslicher Vitamine (A, D, E und K₃) in Dorschlebertran und Futtermitteln werden die einzelnen Vitamine an einer 25 cm x 4,6 mm i.D. Stahlsäule mit MicroPak-CN (10 µm; Varian) getrennt. Pulverisierte Festproben werden vorher 16 h mit n-Hexan/Chloroform/Ethanol (6:3,5:0,5; v/v) extrahiert. 3 - 4 ml des zentrifugierten Extrakts werden nach Trocknung mit Natriumsulfat auf die Säule gegeben. Die Lebertranproben löst man in der mobilen Phase. Als mobile Phase wird Methylenchlorid/Chloroform/n-Hexan (3:2:15; v/v) verwendet (20 ml/h). Die natürlich vorkommenden Vitamine werden auf Grund ihrer Absorptionsspektren unter stopped-flow-Scanning-Bedingungen identifiziert. Die Vitamine D₃ und D₂ ließen sich nach diesem Verfahren nicht trennen. – Anal. Chim. Acta 127, 213 - 218 (1981). Dept. Chem., West. Austr. Inst. Technol., South Bentley, West. Austr. (AUS) W. Czysz

Electrosorption of vitamin K₁ at mercury and its determination at sub-microgram levels by differential pulse voltammetry at a hanging mercury electrode. J.P. Hart and A. Catterall.

Das elektrochemische Verhalten von Vitamin K₁ wurde in ethanolischen und methanolischen Acetatpuffern durch cycl. Voltammetrie und Differentialpuls-Voltammetrie (DPV) an der hängenden Hg-Tropfenelektrode (HMDE) sowie Differentialpuls-Polarographie an der tropfenden Hg-Elektrode (DME) untersucht. Das empfindlichste Signal erhielt man mit der PPV-Methode (HMDE) in Acetat-gepufferten 60%igen methanolischen Lösungen. Hierbei wurde eine untere Nachweisgrenze von 10 ng/ml erreicht; der lineare Eichkurvenbereich beträgt 10 - 100 ng/ml Vitamin K₁; der Variationskoeffizient für 10 Bestimmungen von 20 ng/ml war 8,95%. — Anal. Chim. Acta 128, 245 - 250 (1981). Div. Cell. Biol., Kennedy Inst. Rheumatol., London (GB) W. Czysz

Extraction of light filth from tea: Collaborative study. F.F. Lim.

The present AOAC method is time-consuming. A new method for the analysis of light filth in tea was developed to remedy existing problems and to improve recoveries. The method consists of the following steps: sample preparation, wet sieving, dilution with 40% isopropanol, extraction with Tween 80-Na₄EDTA-40% isopropanol, flotation with mineral oil-heptane, and trapping off in a Wildman trap flask. Recoveries are 99.2% for the proposed method and 93,0% for the AOAC method. Average times were 9 min for the proposed method and 27 min for the AOAC method. The proposed method has been adopted official first action. — J. Assoc. Off. Anal. Chem. 64, 287 - 290 (1981). Food Drug Admin., Brooklyn, NY (USA)

Rapid analysis of tobacco nicotine alkaloids. R.F. Severson, K.L. McDuffie, R.F. Arrendale, G.R. Gwynn, J.F. Chaplin and A.W. Johnson.

Die Tabak-Alkaloide Nicotin, Nornicotin, Myosmin, Anabasin, Anatabin und 2,3'-Dipyridyl können durch Extraktion mit Methanol im Soxhlet oder durch Ultraschallbehandlung mit methanolischem KOH nach Zusatz von internem Standard durch gas-chromatographische Analyse auf einer mit Carbowax beschichteten Capillare mit einem Temperaturprogramm von 170 - 200°C bestimmt werden. Zum Nachweis wird ein N-P-Detektor eingesetzt. — J. Chromatogr. 211, 111 - 121 (1981). US Dept. Agricult., Athens, GA (USA) R.H. Sterzel

The determination of nitric oxide in gas phase cigarette smoke by non-dispersive infra red analysis. T.B. Williams.

The cigarettes were smoked on a smoking machine and the nitric oxide (NO) present in the smoke was determined by means of non-dispersive infra red analysis (NDIR). To avoid oxidation of NO into NO₂ the former was determined within 15 sec of the puff released from the smoking machine. For determining NO, the exhaust from the machine was first passed through silica gel capsule and LiCl capsule, to remove interferences from aldehydes and water present in the samples and then through a Beckman 215 A nitric oxide analyser. Recoveries of 95% were obtained from 87% for high yield to 91% of the low yield cigarettes. Relative error was about 4%. Due to oxidation into NO₂ an average of 4% reduction in deliveries of NO was observed. NO in smoke and in standard air-gas mixtures determined by NDIR method was substantiated by an automatic colorimetric analysis. — Beitr. Tabakforsch. 10, 91 - 99 (1980). Res. Dept., Liggett & Myers Tobacco Co., Inc., Durham, NC (USA)

T. Seshadri

Quantitative determination of naphthalenes in tobacco smoke by gas chromatography. R.F. Arrendale, R.F. Severson and M.E. Snook.

In their previous work the authors presented a method for the quantitative analysis of three ring and larger PAH in small quantities of cigarette smoke condensate (CSC) (R.F. Severson et al.: Beitr. Tabakforsch. 8, 273 (1976); Anal. Chem. 48, 1866 (1976)). However the levels of naphthalenes and fluorenes in the chromatograms quantitated were less than actual levels present in CSC. In this paper special solvent removal techniques and very efficient distillation equipment were developed and tested to recover quantitatively the levels of naphthalenes. GC analysis was performed with a HP model 5840 A gas chromatograph equipped with a 15 ft x 1/8 inch stainless steel column packed with 5% Dexil 300 GC on 100/120 mesh Chromosorb W-AW. Quantitative values for some of the polynuclear aromatic hydrocarbons of cigarette smoke are given. This modified method was found to be suitable for the analysis of environmental samples containing volatile compounds. — Beitr. Tabakforsch. 10, 100 - 105 (1980). Tobacco & Health Lab., Sci. & Education Admin., U.S. Dept. Agric., Athens, GA (USA) T. Seshadri

The determination of phenolic anti-oxidants in edible oils and fats by high-performance liquid chromatography. A.W. Archer.

Zur Bestimmung phenolischer Antioxidantien in Speiseölen und -fetten werden die Proben zunächst unter Zugabe von 2,4,6-Trimethylphenol als Internstandard mit Methanol extrahiert. Der Extrakt wird an einer HPLC-Säule (300 x 3,9 mm i.D.) mit μ Bondapak C-18 (+ 30 x 3,0 mm i.D. Vorsäule mit Co-Pell ODS, 30 - 38 μ m; Whatman) chromatographiert. Die sechs Antioxidantien (s.u.) werden mit einem je nach Verbindung speziell angepaßten Gradienten aus 1%iger Essigsäure in Wasser (A) und 1%iger Essigsäure in Methanol (B) eluiert. Propyl-, Octyl- und Dodecylgallat von 70 bis 90% B, linear in 10 min, dann 5 min isokratisch; isokratisch mit 70% B für BHA, TBHQ oder Propylgallat; 80% B für Octylgallat; 90% B für BHT oder Octylgallat. Die Quantifizierung erfolgt bei 280 nm. BHA: Butylhydroxyanisol; BHT: Butylhydroxytoluol; TBHQ: tert.-Butylhydrochinon. Bei 80 - 150 mg/kg mittl. recovery: 90 - 103%; rel. Standardabweichung: 1,8 - 3,3%. — Anal. Chim. Acta 128, 235 - 237 (1981). Div. Anal. Labs., Health Comm., Lidcombe, NSW (AUS) W. Czysz

High performance liquid chromatographic determination of intermediates and two reaction by-products in FD&C Red. No. 40: Collaborative study. E.A. Cox and G.F. Reed.

Nine laboratories participated in a collaborative study of an ion exchange high performance liquid chromatographic procedure for determining the intermediates and 2 reaction by-products in FD&C Red No. 40: cresidine sulfonic acid (CSA), Schaeffer's Salt (SS), 4,4'-(diazamino)-bis(5-methoxy-2-methylbenzenesulfonic acid) (DMMA), and 6,6'-oxybis-(2-naphthalenesulfonic acid) (DONS), respectively. The repeatability and reproducibility standard deviations (absolute) found in the study were 0.012 and 0.019 for CSA at the 0.2% level, 0.004 and 0.006 for DMMA at the 0.1% level, 0.067 and 0.087 for DONS at the 1% level, and 0.015 and 0.020 for SS at the 0.3% level, respectively. The method has been adopted official first action. — J. Assoc. Off. Anal. Chem. 64, 324 - 331 (1981). Food Drug Admin., Div. Color Technol., Washington, DC (USA)

Quantitative ion-pair extraction of 4(5)-methylimidazole from caramel colour and its determination by reversed-phase ion-pair liquid chromatography. T. Thomsen and D. Willumsen.

Ein Verfahren zur quantitativen Ionenpaarextraktion von 4(5)-Methylimidazol aus Caramel mit Bis(2-ethylhexyl)-phosphorsäure als Ionenpaarungsreagens wird beschrieben. Zur Bestimmung des Gehaltes an 4(5)-Methylimidazol kann auf einer Nucleosil 5 C₈-Säule mit Methanol/0,2 M KH₂PO₄/Wasser (32,5:25:42,5)-Phase, die 0,005 M Na-Dodecansulfonat enthält, gearbeitet werden. Die Nachweisgrenze des Verfahrens liegt bei 4 μ g/g und ist damit besser als die der offiziellen Verfahren. — J. Chromatogr. 211, 213 - 221 (1981). Nat. Board Health, Brønshøj (DK)

R.H. Sterzel

2.7 Schädlingsbekämpfungsmittel

Use of 214-nm and 229-nm discrete-line sources for the UV absorbance detection of some pesticides separated by high-performance liquid chromatography. J.F. Lawrence.

Zum Nachweis von Pesticiden nach HPLC-Trennung wird hier ein Waters Modell 441 Detektor mit fixierter Wellenlänge und ein Pye Model LC-3 Detektor mit variabler Wellenlängeneinstellung hintereinander getestet. Das Modell 441 wird mit einer Zinklampe bei 214 und einer Cd-Lampe bei 229 nm betrieben. Bei diesen Wellenlängen erhält man einen viermal niedrigeren Untergrund als in dem Detektor mit variabler Wellenlänge. Detektoren mit fixierten Wellenlängen sind stabiler und empfindlicher. — J. Chromatogr. 211, 144 - 149 (1981). Food Res. Div., Food Direct., Health Protect. Branch, Tunney's Pasture, Ottawa, Ontario (CDN)

R.H. Sterzel