

NAGYTELJESÍTMENYŰ FOLYADÉKKROMATOGRÁFIA ALKALMAZÁSA AZ ÉLELMISZERANALITIKÁBAN

Cserhádi Tibor

Magyar Tudományos Akadémia Központi Kémiai Kutató Intézete, Budapest

Érkezett: 1989. június 27.

A nagyteljesítményű folyadékkromatográfia az analitikai eljárások egyik leggyorsabban fejlődő ágazata. Kétségtelen népszerűségét és széles körű alkalmazását leginkább annak köszönheti, hogy igen sok vegyület gyors elválasztására és egymás melletti mennyiségi meghatározására alkalmas. Mivel a nagyteljesítményű folyadékkromatográfia elméleti alapjairól és gyakorlati alkalmazásáról nagyon jó magyar nyelvű szakkönyvek jelentek meg (1, 2), ezek ismertetése nem képezi a jelen összefoglaló tárgyát.

A nagyteljesítményű folyadékkromatográfia élelmiszeripari alkalmazása azonban felvet néhány olyan problémát, amely csaknem kizárólag az élelmiszeriparra jellemzők.

Majdnem minden élelmiszerben a meghatározni kívánt vegyület vagy vegyületek egyéb anyagokkal együtt vannak jelen, amelyek mennyisége némely esetben nagyságrendekkel nagyobb lehet, mint a meghatározandó vegyületeké. Ez feltétlenül szükségessé teszi a kísérő anyagok mennyiségének csökkentését. Ezt általában valamilyen extrakciós eljárással érik el. A legtöbb esetben azonban az extraktum sem elég tiszta, a kromatográfiai oszlopokra juttatva nemcsak az oszlop élettartamát rövidíti meg, hanem az elemzés eredményét is bizonytalanná teszi. Azért gyakori az egyéb előtisztítási eljárások alkalmazása, amely a legtöbb esetben szintén kromatográfiai módszer (elválasztás rövidebb oszlopon vagy vékonyréteggromatográfiai módszerrel stb.).

Rendkívül ajánlatos továbbá az analitikai oszlop védelme előtt oszlop alkalmazásával.

Az élelmiszeranalitikai gyakorlatban az adszorpciós elven elválasztó szilikagél oszlopok és a vegyületek különböző lipofilitását elválasztási célra használó fordított fázisú oszlopok a leginkább elterjedtek. A fordított fázis általában a szilikagél felületére kovalensen kötött oktil (C-8) vagy oktadecil (C-18) alkil lánc. Az alumínium-oxid alapú oszlopok használatra (3-5) még nem terjedt el az élelmiszeranalitikában.

Detektorként ultraibolya és látható tartományban működő spektrofotometriás detektor a leggyakoribb. A refraktométeres detektort (RI detektor) főleg a szénhidrátok, a fluoreszcenciás detektort főleg a mikotoxinok elemzésében alkalmazzák. A Magyarországon kifejlesztett elektrokémiai detektor (6-8) még nem terjedt el az élelmiszeranalitikában.

Szénhidrátok meghatározása

A szénhidrátok elemzésére gyakorlatilag minden kromatográfiai módszert felhasználtak. A hagyományos papír és vékonyréteggromatográfiai eljárások ma már jelentékeny szórásuk miatt nem tekinthetők korszerűnek. A gázkromatográfiai módszerek (9) nagyobb érzékenységük miatt kis mintamennyiség illetve kis koncentráció esetén kétségtelenül előnyösebbek, mint a HPLC. A mintaelőkészítés (illő származékok készítése) időigényessége miatt azonban a gázkromatográfiai módszerek nem váltak egyszemélyesévé

szénhidrátok analitikájában. Ehhez még hozzájárult az is, hogy a nagyobb molekulásúlyú szénhidrát oligomerek és polimerek elemzése a GC módszerekkel sohasem volt megoldható. A szénhidrátok elemzésére a közönséges adszorpció (szilikagél és alumínium-oxid) és fordított (C-8, C-18 stb.) fázisok általában nem váltak be. Peracetylzett glükóz származékok azonban sikeresen elválaszthatók voltak fordított fázisú oszlopon acetonitril-víz gradiens elúcióval (10). A poláris módosított szilikagélek mint ciano és amino fázisok megjelenése jelentős mértékben elősegítette a HPLC alkalmazását a szénhidrátok elemzésében (11, 12).

A szénhidrátok HPLC elemzésének egyik legnagyobb akadály a detektálás nehézsége. A szénhidrátok nem UV aktívak, így az igen érzékeny UV detektorok kimutatásukra nem alkalmasak.

A refraktométeres detektorok jelenleg egyeduralkodók a szénhidrátok HPLC analitikájában, bár érzékenységük lényegesen kisebb. A refraktométeres detektor előnye, hogy a csúcs alatti terület és az injektált anyagmennyiség aránya közel azonos minden glükózszármazék esetében, ami a kalibrálást és a mennyiségi értékelést lényegesen megkönnyíti (13).

Az alacsonyabb molekulásúlyú (tetraszacharidokig) származékokat általában vizes extrakcióval nyerik ki, a nagyobb molekulásúlyú szennyezőket esetleg acetonitril hozzáadásával csapják ki. Az esetek jelentős részében az analitikai oszlop elszennyeződésének megállítására vagy lassítására előtét oszlopot alkalmaznak. Módszert dolgoztak ki a szénhidrátok meghatározására cukrászipari termékekben (14), tejcsokoládéban (15), szójában (16), üdítőitalokban (17), tejben és fagyaltban (18) stb. Belső standardként az elválasztandó szénhidrátok típusától függően β -ciklodextrint (19), ribózt (20) vagy xilózt (21) alkalmaztak.

Az utóbbi években a kis molekulásúlyú szacharidok elemzése területén jelentős áttörés nem történt. A bab szénhidrátjait vizes etanollal extrahálták, elválasztásukhoz Waters Bondapak/carbohydrate oszlopot (acetonitril:víz 3:1) és LiChrosorb-NH₂ oszlopot (acetonitril:víz 7:3) alkalmaztak, a detektálás itt is RI detektorral történt (22). Gyümölcsle koncentrátumok szénhidrátjait (glükóz, galaktóz és fruktóz) LiChrosorb NH₂ oszlopon választották el acetonitril:víz 3:1 elegyében. A szerves savak meghatározására LiChrosorb C-18 oszlopot és vizes foszfát puffer futtatószerrel alkalmaztak. A detektálás mindkét esetben RI detektorral történt (23).

Bambuszshajtások monoszacharidjainak elválasztására Shimidzu NH₂-10 oszlopot, acetonitril:víz 85:15 eluenst és RI detektálást alkalmaztak (24). Az alma ivólevekek szacharóz, glükóz és fruktóz tartalmát μ -Bonda-pak szénhidrát oszlopon határozták meg acetonitril:víz 80:20 térfogatarányú elegyében RI detektor segítségével (25).

Az oligoszacharidok elemzéséről lényegesen kevesebb adat áll rendelkezésre. Ezt az indokolja, hogy a molekulásúly növekedésével a hagyományos tölteteken végrehajtott HPLC elválasztások hatékonysága romlik, a polimerek elválasztásához különleges és meglehetősen drága töltetek szükségesek.

A különböző magvak oligoszacharidjainak elválasztását LiChrosorb RP-18 oszlopon oldották meg, a futtatószer desztillált víz volt (26). A szójabab oligoszacharidjainak meghatározásához a mintákat liofilezték, zsírmentesítették és etanollal extrahálták. Az extraktumot ólomacetáttal derítették, majd C-18 Sep-Pak-on előtisztították. Az elemzést Bondapak/carbohydrate oszlopon végezték acetonitril:víz 4:1 arányú elegyével (RI detektor)

(27). A rizskeményítő enzim bomlástermékeit vizsgálták 5 μ -os töltetű RESOLVE oszlopon víz futtatószerrel és RI detektálással (28).

Lipidek meghatározása

A szabad zsírsavak elemzéséhez a savakat általában származék alakjában viszik fel az oszlopra, azonban a C₂ - C₄ zsírsavak elválasztását származék képzés nélkül is megoldották C-18 oszlopon UV detektálással (210 nm) (29). A származékképzés célja nemcsak a zsírsavak kromatográfiai tulajdonságainak, hanem kimutathatóságának javítása is. Erre a célra fenacil észtert (30), p-bróm-fenacilésztert (31) stb. használtak. A kétszer telítetlen oktadekánsavak izomerjeit metilészterek formájában választották el Spherisorb ODS 2 oszlopon víz:acetonitril 1:4 elegyében (detektálás 215 nm) (32). A linolénsav különböző oxidációs termékeit szilika oszlopon választották szét hexán:etanol illetve hexán:2-propanol:ecetsav elegyekben (detektálás 206 nm) (33). A mangó lipidjeinek zsírsavösszetételét hidrolízis, majd metilészter képzés után C-18-as oszlopon határozták meg metanol:víz 90:10 arányú elegyében RI detektorral (34).

A trigliceridek elválasztásával az első kísérletek (35) óta igen sokan foglalkoztak (36-38), megállapították, hogy a C-18 állófázis jobb elválasztást eredményez, mint a C-8, a borítottság növekedése szintén kedvez a trigliceridek elválasztásának (39). Az oszlop termosztálása szintén jelentős teljesítmény növelést okozott (40). Természetes zsírok és olajok trigliceridjeit 10% ezüstnitráttal impregnált 3 μ szemcseméretű szilikagél ikeroszlopon (mindkettő 150 cmx4,6 mm) választották el benzol futtatószerrel. Infravörös detektort alkalmaztak. Az egyes frakciókat Hitachi gel 3057 3 μ szemcseméretű C-18 oszlopra vitték és etanol:acetonitril 60:40 elegyével tovább frakcionálták. A detektálás oszlop után glicerid szelektív detektorral történt (41). A tejszír trigliceridjeit két sorba kötött oszlopon (Nucleosil C-18 5 μ , 15 cm + Microspher C-18 3 μ , 10 cm) választották el aceton:acetonitril 35-65 térfogatarányú elegyében refraktométeres detektor segítségével (42). Olajok triglicerid tartalmának meghatározására hasonló módszert alkalmaztak, a két 8 cmx6,2 mm méretű fordított fázisú oszlopot sorba kötötték, a futtatószer acetonitril:etanol 30-76 volt (detektálás 210 nm) (43). A pálmaolaj trigliceridjeinek elválasztását ezüstnitráttal impregnált Nucleosil 5SA oszlopon oldották meg (44).

Különböző növények szteroljait extrakció után vékonyréteg-kromatográfiai módszerrel előfrakcionálták, majd a frakciókat acilezték, az acilezett származékokat Partisil ODS (oktadecilszilika) oszlopon, metanollal választották el (UV detektálás) (45-47).

Az élelmiszerekben általában kis mennyiségben jelen levő foszfolipidek elválasztására először szilika oszlopokat alkalmaztak (48, 49). Ezek a módszerek azonban nem voltak elég hatékonyak, bár a csokoládé lecitintartalmának meghatározására sikeresen alkalmazhatók voltak (50). A módosított szilikagél megjelenésével ezeket is alkalmazni próbálták a foszfolipidek elválasztására. Több módszert dolgoztak ki foszfolipidek amino szilika oszlopon történő meghatározására (51, 52) is. Futtatószerként hexán:2-propanol (11:16) és hexán:2-propanol:metanol:víz (11:16:2:3) grádiens elúciót alkalmaztak ultraibolya detektálással (206 nm) (53).

Az anion cserélő gyanták nem kerültek széles körű felhasználásra (54), míg a fordított fázisú rendszerek egyre jobban terjednek főleg a különböző foszfolipid csoportokon belül

az egyedi foszfolipidek zsírsavlánc hossz szerinti elválasztására (55, 56). A foszfolipidek a poláris fejcsoport töltése szerint szilika, amino szilika és diol oszlopon egyaránt elválaszthatók voltak acetonnitril:metanol:foszforsav:trifluorecetsav elegyekben.

Az elúció sorrendje (foszfatidilkolin, foszfatidilinozitol, foszfatidiletanolamin, foszfatidilszerin) más volt a diol, mint a szilika és az amino szilika oszlopon (foszfatidilinozitol, foszfatidilszerin, foszfatidiletanolamin, foszfatidilkolin) (57). A különböző foszfolipidek diol oszlopon acetonnitril:víz grádienssel is elválaszthatók (detektálás 201 nm) (58).

A HPLC tömegspektrométer összekapcsolása nemrég került alkalmazásra a foszfolipidek analitikájában (59).

Vitaminok meghatározása

A vitaminok általában igen kis mennyiségben (mikrogramm/100 g) fordulnak elő élelmiszereinkben. Meghatározásukat megnehezíti, hogy igen nagy feleslegben vannak jelen olyan kísérő anyagok (fehérjék, zsírok), amelyek a kimutatást és az elválasztást erősen zavarhatják. A hagyományos vékonyrétegekromatográfias vitamin meghatározási eljárások jelentős hátránya volt, hogy az oxigén jelenlétében és fényhatásra bekövetkező vitamin oxidációt megnyugtató módon nem tudta kiküszöbölni. A HPLC módszerek – közzismert előnyein kívül – azért is különösen alkalmasak a vitaminok meghatározására, mivel a meghatározás során könnyen biztosítható az oxigén illetve fény kizárása, ami nagymértékben növeli a meghatározás biztonságát.

Zsírolható vitaminok

Az A-vitamin hatású anyagok az élelmiszerekben szabad retinol és észterei formájában vannak jelen (60), ezért az elemzés megkönnyítése céljából az A-vitamin hatású anyagokat először általában elszappanosítják (61), majd dietiléterrel, n-hexánnal vagy petroléterrel extrahálják. A meghatározás egyaránt történhet adszorpció vagy fordított fázisú rendszerben.

A margarin retinil palmitát tartalmát heptános extrakció után szilika oszlopon határozák meg heptán:di-izopropil-éter 95:5 térfogatarányú elegyében 325 nm-en történő detektálással (62).

A tej és margarin retinil palmitát tartalmát hexánnal extrahálták, szilikagél oszlopon határozták meg hexán:dietiléter 2:98 elegyében (detektálás 325 nm) (63). A retinil palmitát meghatározásához kloroform-etanolos extrakciót, szilikagél oszlopot és hexán:kloroform 85:15 eluenst is alkalmaztak UV (313 nm) és fluoreszcenciás detektálással (gerjesztés 360 nm, mérés 415 nm) (64).

A tej és a sajtok retinol tartalmát elszappanosítás és extrakció után C-18 oszlopon határozták meg acetonnitril:víz 95:5 eluenssel 328 nm hullámhosszon (65).

A 13-cisz-retinol adszorpció és fordított fázison is elválasztható a transz-retinoltól (66), szilika oszlopon a 11-cisz és a 9-cisz izomer is elválasztható az előzőektől. Az A-vitamin detektálására a fluoreszcencia detektorok érzékenyebbnek bizonyultak, mint az ultraibolya detektálás.

Az A-vitamin provitaminjaként tekintett karotinoidokból jelenleg több, mint 300 eltérő kémiai szerkezetű ismert (67, 68). Extrakciójukhoz száraz mintáknál vízzel nem elegendő szerves oldószert, nedves mintáknál vízzel elegendőt (aceton, metanol) használnak (69). A vizes extraktumból a karotinoidok kloroformba vagy hexánba vihetők, gyümölcslevekből magnézium-oxidon kiszűrhetők (70).

A margarin β -karotén-tartalmát szilika oszlopon határozták meg dietiléter:hexán 2:98 elegyében (detektálás 453 nm) (63). Ugyanezt a meghatározást fordított fázisú oszloponon is elvégezték metilénklorid:acetonitril 30:70 (71) vagy metanol:víz 99:1 elegyében (61). Az α - és β -karotének elválasztását narancsléből fordított fázisú oszlopon oldották meg metanol:víz 100:6 elegyében (detektálás 450 nm) (72).

Az élelmiszerekben a D-vitamin igen kis koncentrációban van jelen, ezért meghatározása csak gondos mintaelőkezelés után lehetséges. A D-vitamin-tartalmú mintákat először elszappanosítják (pl. nátrium-etiláttal), majd hagyományos oszlopkromatográfias eljárással előtisztítják (73, 74, 75).

A HPLC módszerek alkalmasak a D₂ és D₃-vitamin (76), a D₃-vitamin és prekurzorai (77) valamint metabolitjaik elválasztására (78).

A D-vitamin csoport analizésére adszorpciós és fordított fázisú rendszereket egyaránt kipróbáltak, de a fordított fázisok általában jobb elválasztást biztosítottak.

A tejtermékekben a D₂ és a D₃-vitamint együtt szilika oszlopon határozták meg 2-propanol:hexán 1:99 elegyében (detektálás 265 nm) (79). A csukamájolaj D-vitamin-tartalmát is adszorpciós körülmények között határozták meg kloroform:hexán:ecetsav 70:30:1 elegyében 268 nm hullámhosszon (75). Halkonzervekben a meghatározást fordított fázison (C-18) végezték metanol:víz 95:5 elegyében 263 nm-en (80).

A D₂ és a D₃-vitamint tejben és csokoládés tejben C-18 oszlopon elemezték acetonitril:metanol 90:10 elegyében (81). A sovány tejből a D₃-vitamint amino oszlopon határozták meg diklórmétán:hexán:2-propanol 50:50:0,2 (82) eluensben.

A vaj, illetve a margarin D-vitaminjait C-18 oszlopon metanol:víz 95:5 eluenssel választották el (83), a tojássárgájából a 25-hidroxivitamin D₃ meghatározására szintén C-18 oszlopot és acetonitril:metanol:víz 94:3:3 elegyet alkalmaztak (84).

Az E-vitamin hatását több rokon szerkezetű vegyület mutatja, ezek elválasztására és egymás meletti mennyiségi meghatározására a HPLC módszerek kiválóan alkalmasak.

Növényi magvakból és olajokból valamint tejből az α -, β -, Γ - és δ tokoferol valamint az α -, β - és Γ -tokotrienol elválasztását és meghatározását 2-propanol-aceton-hexán-víz keverékben történő extrakció és megoszlás után szilika oszlopon végezték dietiléter:hexán 5:95 vagy 2-propanol:hexán 0,2:99,8 elegyével. A detektáláshoz fluoreszcencia (gerjesztés 290 nm, mérés 330 nm) vagy ultraibolya detektort alkalmaztak (295 nm) (85). A fenti meghatározás növényi olajokban az extrakciós lépés kihagyásával is végrehajtható, a mintát előkezelés nélkül oldják az eluensben. Az elválasztáshoz szintén szilika oszlopot használtak, az eluens etilacetát:hexán 3:97 volt (fluoreszcencia detektor, gerjesztés 303, mérés 328 nm) (86).

Az α -tokoferol acetátot kloroform-etanol eleggyel extrahálták magvakból, az elválasztást szilikagél oszlopon végezték kloroform:hexán 15:85 elegyével (detektálás 280 nm) (64).

A gyermektápszer α -tokoferol és α -tokoferol-acetát tartalmának meghatározásához a mintákban enzimatikusan hidrolizálták a lipideket, majd pentános extrakció után C-18

oszlopon metanol-etilacetát-acetonitril grádienssel végezték a meghatározást (detektálás 265 nm) (87). A HPLC módszerek a különböző vitaminok egymás melletti meghatározására is alkalmas (88). Az E és A-vitamint fordított fázisú oszlopon választották el metanol:0,05 M nátrium perklorát 94:6 arányú elegyében ultraibolya (313 nm) és amperometriás (+0,6V) detektálással (89).

A K₁-vitamint és a K₁-vitamin 2,3-epoxidját májból acetonnal extrahálták, a meghatározást C-18 oszlopon végezték hexán:acetonitril 99,73:0,23 vagy diklórmetán:acetonitril 12,5:87,5 elegyével (90).

Vízoldható vitaminok

Az élelmiszerek B₁-vitamin (tiamin) tartalmának meghatározására számos módszert dolgoztak ki. Húsban és hús-készítményekből a tiamint 0,1 M sósavval vagy kénsavval autoklávban extrahálják, majd C-8 oszlopon 5 mM nátrium-hexánszulfonát: 5% ecetsav:tetrahidrofurán 16:79:5 elegyében 254 nm-en történő detektálással (91) vagy szilika oszlopon kloroform:metanol 90:10 elegyében fluorometriás detektorral határozzák meg (92). Rizsből és rizskészítményekből a tiamint 0,05 M kénsavval extrahálják, C-18 oszlopon határozzák meg metanol:ecetsav:víz 39:1:60 elegyében (detektálás 254 nm) (93). Lisztes termékekből extrakció után szintén C-18 oszlopon választják el a tiamint acetonitril:0,01 M foszfát puffer (pH 7) elegyében, amely 5 mM nátrium-heptánszulfonátot tartalmazott (detektálás 254 nm) (94). A vitamin B₆ (riboflavin) meghatározására a fordított fázisú módszerek terjedtek el. Mivel a riboflavin erősen fluoreszkál, a detektáláshoz rendszerint fluorometriás detektort alkalmaznak 450 nm körüli gerjesztéssel és 510–520 nm-es detektálással. Futtatószerként 2-propanolacetát puffer (pH 4) grádiens (95), metanol:acétát puffer (pH 5,8) 30:70 (96) vagy acetonitril:víz 6:94 elegyet (97) alkalmaztak.

A B₆-vitamin az élelmiszerekben főleg piridoxin, piridoxál és piridoxamin valamint foszfátészterek alakjában fordul elő.

A sovány tejek B₆-vitamin tartalmát extrakció után C-18 oszlopon határozták meg 0,033 M foszfát puffer (pH 2,2) és acetonitril 99:1 arányú elegyében, a detektálás 280 nm hullámhosszon történt (98). Különböző szárított élelmiszerekből 0,2 M nátrium-acetáttal ultrahangos kezeléssel vonták ki a B₆-vitamint, majd savas foszfátú enzimmel kezelték, az enzimet triklórecetsavval csapták ki és centrifugálással távolították el. Az elválasztáshoz C-18 oszlopot 0,033 M foszfát puffert (pH 2,2) és fluometriás detektort (gerjesztés 295, mérés 370 nm) alkalmaztak (99).

Igen sok élelmiszer mintából szulfoszalicilsavval extrahálták a B₆-vitamint, metilénklóriddel keverték, centrifugálták, majd a vizes fázist ioncserélő oszlopon előtisztították. A meghatározás Bio-Rad A-25 oszlopon történt 0,04 M NaCl, 0,01 M glicin, 0,005 M semikarbazid elegyében, melynek pH értékét nátriumhidroxiddal 10-re állították (detektálás fluometriás detektorral) (100).

A különböző B-vitaminok egymás melletti meghatározására is több módszert dolgoztak ki. A különböző magvak riboflavin, tiamin és niacin tartalmának meghatározásához vizes futtatószer elegyet (2,72 g nátriumacetát trihidrát és 1,2 g jégecet egy liter vízben) és szilikagél oszlopot alkalmaztak. Fluoreszcencia detektort használtak, 435 nm gerjesztéssel és 545 nm detektálással (101). Egy másik módszer szerint a B₁, B₂, B₆ és B₁₂-vitamin elvá-

lasztását C-18 oszlopon oldják meg metanol:víz 80:20, illetve 50:50 arányú elegyével, 254 nm-en történő detektálással (102).

A különböző élelmiszerek nikotinsav tartalmának meghatározásához a mintákat autoklavokban 0,125 M kénsavval tártják fel, takadiasztálzával inkubálják, majd papainnal kezelik. A nagy molekulású anyagokat triklórecetsavval csapják le és centrifugálással távolítják el. Az elválasztást szilika oszlopon végzik 2,72% nátrium-acetát és 1,2% ecetsav oldatával, a detektáláshoz fluoreszcencia detektort alkalmaznak p-acetofenonnal történő származékképzés után (gerjesztés 435, mérés 500 nm) (103).

Rizsből hasonló módon vonják ki és tisztítják a nikotinsavat, de a meghatározáshoz C-18 oszlopot, metanol:ecetsav:víz 39:1:60 elegyet és UV detektálást (254 nm) alkalmaznak (93). Növényi magvakból kalcium-hidroxid oldattal extrahálják a nikotinsavat, majd anion-cserélőn előtisztítják. Az elválasztó oszlop szintén fordított fázisú (C-18), a detektálás 254 nm-en történik (104). A folsav származékok elválasztására általában a fordított fázisú oszlopok a kedvezőbbek (105), az eluenshez ion-pár képzőként tetrabutil-ammónium-foszfátot adnak (106).

Mivel az aszkorbinsav lúgok jelenlétére és oxidációra érzékeny, extrakciójához metafoszforsavat alkalmaznak 3 (107) vagy 6% (108) töménységben. A metafoszforsav hatóssabban gátolja meg az aszkorbinsav réz illetve vas ionokkal katalizált oxidációját, mint az oxálsav. Az aszkorbinsav és a dehidroaszkorbinsav elválasztására számos HPLC módszer ismert (109-111). Az elválasztás C-18 vagy C-8 oszlopon egyaránt elvégezhető, az eluens 0,25% metafoszforsavas víz, a detektáláshoz elektrokémiai detektort (400 mV) alkalmaznak (112). Mivel mind az elektrokémiai mind az UV detektor alkalmazása esetén zavaró csúcsok léphetnek fel (113, 114), eljárást dolgoztak ki fluorometriás detektálásra. Az aszkorbinsavat ASAHIPAK GS-320 hidrophil oszlopon választják el 30 °C hőmérsékleten 2 l vízben oldott 4,5 g borkősav, 1,5 g dinátrium-etiléndiamin-tetraacetát, 1 g β -tioglikol elegyében, melynek pH értékét nátrium-hidroxiddal 3,00-3,03-ra állítják be. Az elválasztás után az aszkorbinsavat benzamidinnel reagáltatják, a detektáláshoz 325 nm-en gerjesztik, az emittált fényt 400 nm-en mérik (115).

A sörök aszkorbinsav tartalmát C-18 oszlopon határozták meg vizes citrát pufferben (pH 4,4), amely 0,5 mM EDTA-t és 1 mM N-metil dodecylamint tartalmazott. Amperometriás detektort használtak +0,60 V feszültségen (116).

Élelmiszer-adalékok meghatározása

A különböző élelmiszerek szerves savainak meghatározására először ioncserélő módszereket alkalmaztak. A borok galakturonsav, tejsav, malonsav, borkősav és borostyánkősav tartalmát Aminex A-25 oszlopon választották el 0,9 M nátrium formiát oldattal (pH 7,5) refraktométeres detektor segítségével (117). A mustok és borok cukor, glicerin, etanol és szerves sav tartalmát Aminex A-8 vagy Beckman M-72 ioncserélő oszlopon határozták meg víz:metanol 4:1 elegyével, refraktometriás detektorral (118). Az utóbbi években a fordított fázisú oszlopok alkalmazása terjedt el a szerves savak elemzésében. A gyümölcslevek szerves savait C-18 oszlopon választották el vizes 2,0%-os kálium-dihidrogénfoszfát oldattal, amelynek pH értékét foszforsavval 2,4-re állították be (119). Hasonló módszert alkalmaztak almalevek malonsav és citromsav tartalmának meghatározására (120). A malonsav, borkősav és citromsav elválasztását 3 perc alatt oldották meg C-18 oszlopon vizes foszforsav futtatószerrel (pH 2,2) (121). Az oxálsav meghatározására szin-

tén fordított fázisú oszlopot használtak, a futtatószer 0,5% kálium-dihidrogén-foszfát volt, amely 5 mM tetrabutil-ammonium-szulfátot tartalmazott (pH 2,0-ra állítva foszforsavval) (122). Sajtokból a szorbinsavat, a dehidroecetsavat és a propionsavat vízgőzdesztillációval nyerték ki, a savakat C-18 oszlopon választották el metanol:0,02 M foszfát puffer (pH 7,2) 30:70 elegyével, a detektálás 235 nm-en történt. A kimutatási határ szorbinsavra 0,2 mg/kg, dehidroecetsavra 5 mg/kg volt (123).

Almalevek főbb szerves savainak mennyiségi meghatározására a közelmúltban dolgoztak ki új módszert. A mintát Sep-Pak C-18 előoszlopon engedték át, majd az elemzést C-18 oszlopon végezték 0,2 M KH_2PO_4 (pH 2,4) futtatószerrel. A laboratóriumok közötti átlagok variációs koefficiense 2,9-14,7% között változott (124).

Az antioxidánsok meghatározására általában fordított fázisú oszlopot alkalmaznak, a detektálás 280 nm-en történik. A BHT, BHA és három gallát elválasztását vizes ecetsav-metanol oldószergrádienssel érték el (125). Az antioxidánsok extrakciójához az olajmintát hexánban oldják, majd acetonitrillel extrahálják, elválasztásukhoz vizes ecetsav-acetonitriles ecetsav grádiens alkalmaznak (126). Más eljárás szerint az antioxidánsokat metanol:0,1 M ammónium-acetát vagy 0,01 M foszfát puffer segítségével választják el és amperometrikusan detektálnak (127).

A mesterséges édesítőszernek közül a legtöbb módszer a szacharin meghatározásával foglalkozik. Különböző italokban a szacharint, nátrium-benzoátot és koffeint C-18 oszlopon választották szét víz:ecetsav 80:20 elegyben, melynek pH értékét 3,0-ra állították be telített nátrium-acetát oldattal (128). A szacharin szennyezéseit Zorbax CN oszlopon határozták meg víz:ecetsav 95:5 elegyében 268 nm-en (129). Különböző élelmiszeradalekokat (acetsulfám, szacharin, p-oxibenzoészav, koffein, vanillin, dulcin, benzoészav és aszpartám) extrakció után fordított fázisú oszlopon választották el metanol:ecetsav:víz 20:5:75 térfogatarányú elegyében (detektálás 254 nm-en) (130). Különböző italok és édességek szacharin tartalmát C-18 oszlopon határozták meg 1% ecetsav:metanol (950:50) vagy 1% ecetsav:metanol 30:70 arányú elegyében 254, 280, 207 vagy 214 nm-en történő detektálással (131).

A szorbitol meghatározására Aminex carbohydrate HPX-87 oszlopot 80 °C hőmérsékleten, víz eluenst és refraktometriás detektort (132) vagy Waters μ -Bondapak/carbohydrate oszlopot és acetonitril:víz 85:15 eluenst használnak (133, 134).

Az aszpartám meghatározására erős kation-cserélő gyantát, vizes 0,1 M citromsav és 0,5 M nátrium-perklorát eluenst alkalmaztak, melynek pH értékét nátriumhidroxiddal 4,7-re állították (135).

Pudingporok, üdítőital porok béta-aszpartám tartalmát bomlásterméke (N-L- α -aszpartil-L-fenilalanin metilészter) alapján határozták meg C-18 oszlopon acetonitril:0,02 M nátrium-foszfát puffer (pH 4,0) elegyében, amely 5 mM nátrium heptánszulfonátot tartalmazott (detektálás 210 nm) (135).

Az íz- és aromaanyagok HPLC vizsgálata rendkívül széles terület. A gázkromatográfiai módszerekkel szemben a HPLC előnye, hogy a nem illó íz- és aromaanyagok is vizsgálhatók, a minta az elemzés során nincs olyan magas hőmérsékletnek kitéve, amely bomlását okozhatja.

A komló keserű anyagait először szilika oszlopon választották el petroléter (60-80 °C):kloroform 9:1 elegyével, amely 0,1 M di-n-butil-ammonium-acetátot tartalmazott (136). Megállapították, hogy az ioncserélő és a ciano oszlopok kevésbé alkalmasak az elválasztásra, mint a C-18 oszlopok, amelyekhez metanol:víz 59-41 elegyet használtak,

0,2 M-os, 7,0 pH értékű acetát pufferrel (detektálás 334 nm) (137). A sörök izohumulon és izokohumulon tartalmát C-18 oszlopon határozták meg metanol-víz grádiens elúcióval 5 mM terabutyl-ammónium-foszfát jelenlétében (138).

A sörök „ízprofilját” C-18 oszlopon határozták meg víz-metanol-ecetsav-tetrabutyl-ammónium-foszfát elegyekben 254 és 280 nm-en történő detektálással (139, 140).

A kávé, tea, kakaó és néhány üdítőital xantin alkaloid tartalmának meghatározására erős kation cserélő gyantát (141) is alkalmaztak, de a fordított fázisú rendszerek lényegesen nagyobb elterjedtségnek örvendenek. Ezeket használták kakaó és csokoládék (142), kakaóbab (143), tea, kávé és kóla (144) és egyéb alkaloid tartalmú minták elemzésére (145).

A citromlé keserű ízanyagainak elválasztására 40 °C hőmérsékleten tartott Zorbax CN oszlopot, 2-propanol:hexán:metanol 12:11:2 elegyet és UV detektálást (207 nm) alkalmaztak (146). Hasonló célra szintén ciano oszlopon metanol:víz 33:65 vagy 40:60 eluenst is használtak (147). Illóolajok összetételét adszorpciós rendszerben hexán-kloroform grádienssel határozták meg fluoreszcencia detektor segítségével (148). Ugyanerre a célra C-18 oszlopon metanol:víz 1:1 eluenst használtak 260 nm-es detektálással (149). Terpénalkoholok elválasztására Partisil 10-PXS oszlopot, hexán:etilacetát 9:1 vagy diklórmetán:etilacetát 39:1 elegyet és refraktométeres detektálást alkalmaztak (150). A β -azaron meghatározását 65 °C-on termosztált C-18 oszlopon metanol:víz 31:19 elegyben végezték (151).

A bors aromaanyagait adszorpciós rendszerben diklórmetán:metanol 200:9 elegyben választották szét (152), a piperin elválasztására külön módszert dolgoztak ki (153). Az elválasztást adszorpciós fázison etanol:hexán:ecetsav 4:95:1 elegyében is elvégezték (154).

A kapszaicinok elválasztására is több módszert dolgoztak ki (155). Az extrakcióhoz nátrium-acetáttal telített 95%-os etanolt használtak, az elválasztás C-18 oszlopon víz:acetonitril:dioxán:2 M perklorosav 500:30:20:4 eleggyel történt (detektálás fluoreszcencia detektorral, gerjesztés 288 nm, mérés 320 nm) (156). Számos egyéb íz- és aromaanyag elválasztását is megoldották HPLC módszerrel. Nukleozidokat, nukleotidokat és polifenolokat C-18 oszlopon választottak el különböző víz-metanol-ecetsav-tetrabutyl-ammónium-foszfát rendszerekben 254 és 280 nm-en történő detektálással (157). A paradicsompüré 5-hidroximetil-2-furaldehid tartalmát fordított fázisú rendszerben mérték metanol-víz grádiens elúcióval (158, 159).

A HPLC-t sherry típusú borok polialkohol és fenol tartalma érés során bekövetkező változásának nyomon követésére is alkalmazták. A mintákat dietiléterrel extrahálták, az extraktumot C-18 oszlopon programozással választották el: 5 percig 2%-os vizes ecetsavoldat majd 20 perc alatt oldószerváltás a 2:30:68 térfogatarányú ecetsav:metanol:víz futtatószerszerre. A detektálás 280 és 340 nm-en történt (160).

Az articsóka fenolos vegyületeit oldószerek extrakció, savas illetve lúgos előfrakcionálás után LiChrosorb RP-18 oszlopon választották el metanol és ecetsav:víz 5:95 különböző arányú elegyeivel. A detektáláshoz fluoreszcencia és diódasoros detektort használtak (161).

A kávék klorogénsavait szintén fordított fázisú oszlopon választották el oldószerszer programozással, 0,5% vizes hangyasavról 60 perc alatt 0,5% hangyasav 30% acetonitrilben futtatószerig (detektálás 313 nm-en) (162). A sűrített mustok fenolos vegyületeit Bondapak Phenyl oszlopon választották el víz:metanol:ecetsav 80:18:2 elegyében (detektálás 280 nm-en) (163). A zeller ízanyagait extrahálás után szilikagél oszlopon előtisztították, majd Zor-

bax szilikagél oszlopon választották szét vízmentes diklórmetán futtatószerben (detektálás 265 nm-en) (164).

Élelmiszer-színezékek meghatározása

A szintetikus élelmiszer színezékek engedélyezett választéka és alkalmazási köre az utóbbi évtizedekben jelentősen csökkent, de alkalmazásukat még nem küszöbölték ki teljesen. A HPLC elválasztás előtt az ionos színezékeket szerves oldószerekbe viszik át ionpárpépző segítségével, pl. kloroformba vagy n-heptánba tri-n-oktilamin jelenlétében (165) vagy diklórmetánba 10–50 mM cetiltrimetil-ammóniumbromid jelenlétében (166).

Néhány esetben az enzimátikus előkezelés előnyösen befolyásolta a színezékek visszanyerését (167). A színezékek elválasztására gyakran alkalmaznak erős ioncserélő oszlopot (168) és futtatószer grádiensét: a kiinduló futtatószer 0,01 M nátrium tetraborát, a végső ugyanez 0,2 M nátrium perkloráttal (detektálás 382 és 254 nm-en) (169).

Fordított fázisú rendszerek esetében a futtatószer általában pufferolja vagy ionpárpézt adnak hozzá. Különböző arányú víz:metanol elegyekkel 12 szintetikus színezéket választottak el, a futtatószer minden esetben 5 mM tetrabutil-ammónium-foszfátot tartalmazott, a detektálást 610 és 480 nm-en végezték (170).

Részletesen tanulmányozták a futtatószer összetételének hatását a különböző színezékek retenciós sajátosságaira (171). Erős elektrolitok jelenlétében a csúcsalak javul, 10 naftol-szulfonsav származékot 0,4 M nátriumsulfát - metanol:víz 40:60 grádienssel sikeresen elválasztottak (172). Az amino fázisok alkalmazása elég ritka, különböző élelmiszerek tartarazin tartalmának meghatározására használtak vizes 0,7 M nátrium-acetát puffert (pH 5,0) (173).

A természetes színezékek közül a klorofilokat grádiens elúcióval, fordított fázisú oszlopon választják el (174). A spenót klorofiljainak a feldolgozás hatására bekövetkező változásait szintén C-18 oszlopon tanulmányozták, az eluens összetétel metanol:víz 3:1 elegytől változott etilacetátra (175).

Antociánok félpreatatív elválasztására 10 mm belső átmérőjű Supelcosil LC-18 oszlopot alkalmaztak. Futtatószerként hangyasav:metanol:víz elegyeket és grádiens elúciót használtak (detektálás 515 nm-en) (176). Gyümölcsök és zöldségfélék cisz-transz karotén izomerjeit kalciumhidroxidos oszlopon választották el acetón:hexán 3:977 arányú elegyben (detektálás 436 és 340 nm-en) (177). Különböző zöldségfélék karotinjait 2:2:1 acetonitril:petroléter:kloroform eleggyel extrahálták, elválasztásukhoz 5 µ-os IBM C-18 oszlopot, acetonitril:kloroform 9:1 futtatószerrel és ultraibolya detektálást alkalmaztak (178).

A karotinoidok meghatározásához a mintákat megőrölték, diklórmetán:kloroform 2:1 elegyével extrahálták, az extraktumot elszappanosították és mosták. Az elválasztást C-18 oszlopon végezték etilacetát:acetonitril 25:75 arányú elegyben, amely 0,1% n-dekanolt tartalmazott (detektálás 450 nm) (179).

Alkoholtartalmú italok β-azaron, szafrol, izoszaflon és anetol tartalmát 3 µ-os C-18 oszlopon választották el acetonitril:víz 45:55 elegyben. A detektálás több hullámhosszon történt (290, 310, 325 és 355 nm) (180).

Az aminosavak HPLC meghatározására igen sok módszert dolgoztak ki. A korábbi módszerekről igen jó összefoglaló jelent meg (181), ezért ezek ismertetésétől eltekintünk. A HPLC meghatározást általában származékképzési lépés előzi meg, mivel az aminosavak a leggyakrabban alkalmazott ultraibolya detektorokkal nem érzékelhetők.

Különböző élelmiszerek aminosav tartalmának fenil-izotiocianát segítségével történő meghatározására dolgoztak ki egy gyors és érzékeny módszert. A fehérje hidrolizátumot fenil-izotiocianáttal kezelték, a származékokat Waters Pico-Tag oszlopon választották el nemlineáris grádiens elúció segítségével 38 °C hőmérsékleten. A két futtatószer 0,5 ml/l trietilamint tartalmazó 0,14 M nátrium-acetát (pH 6,4-re állítva) illetve acetonitril:víz 60:40 volt (182). Az előzőhöz hasonló módszert írnak le takarmányok aminosav összetételének meghatározására. A fenil-izotiocianát származékokat ugyanúgy fordított fázisú Pico-Tag oszlopon választották el hasonló futtatószer grádienssel. A detektálás 254 nm-en történt (183).

A származékkészítéshez gyakran orto-ftálaldehidet alkalmaznak (184), a származékképzést teljesen automatizálták (185).

Az orto-ftálaldehid mellett α -naftil-karbamát származékokat is alkalmaztak. Elválasztásuk C-18 oszlopon történt 30 °C hőmérsékleten acetonitril-vizes 0,1 M nátrium-acetát (pH 6,3) grádienssel, a detektáláshoz fluoreszcencia detektort alkalmaztak (gerjesztés 290, mérés 370 nm) (186).

Az aminosavak elválasztás előtti danzilezése is igen gyakori. A danzil származékokat C-18 oszlopon választják el acetonitril-0,13 M ammónium-acetát (pH 6,8) grádienssel (187). A vizes fázis más esetben 28 mM foszfát puffer (pH 7,2) volt (188). Az L- és D-aminosavak danzil származékait szintén fordított fázisú oszlopon választották el 12,5 mM β -ciklodextrin jelenlétében (189).

Az enantiomerek elválasztásához L-prolint kovalensen kötött fázist is alkalmaztak acetonitril:0,1 M ammónium-acetát + 0,1 M réz (II) szulfát eluenssel, 220 nm-en történő detektálással (190). Egy másik eljárás szerint a p-brómfenil-karbamil származékokat választják el naftiletilkarbamát álló fázison (191). Az aminosav enantiomereket származékképzés nélkül is elválasztották koronaéterek segítségével. Az eluens 0,01 M perklórsav volt (detektálás 200 nm) (192).

Bár a peptidok és fehérjék elválasztása a HPLC kutatások egyik fő területe, kimondott élelmiszeripari alkalmazásuk jelenleg még csekély. A márványsajt foszforwolfrámsavban oldható peptidjeit Sephadex G-10 oszlopon vízzel előfrakcionálták, majd C-18 oszlopon vizsgálták (193). A szójabab tripszin inhibitor elválasztására C4 oszlopot (300 Å pórusátmérő) alkalmaztak acetonitril:10 mM foszforsav grádiens elúcióval. Amennyiben az oszlopot hemoglobinnal előkezelték, a tripszin inhibitor denaturálódása lényegesen lelassult (194). Savófehérje koncentrátumok β -laktoglobulin, α -laktalbumin és szérumalbumin tartalmát határozták meg 30 nm átlagos pórusátmérőjű, C-4-es oszlopon nemlineáris futtatószer grádiens programozással 30-45% acetonitril koncentráció között. A detektálás 210, 230, 250 és 280 nm-en történt (195). Savófehérje koncentrátumok fehérjét TSK-3000 SW oszlopon is elválasztották 0,1 M nátriumnitrát/0,1 M foszfát puffer (pH 6) elegyével (detektálás 280 nm) (196).

A mikotoxinok mennyiségi meghatározása jelentős toxicitásuk miatt igen fontos része a korszerű élelmiszer ellenőrzésnek. Meghatározásukat megnehezíti, hogy általában igen kis mennyiségben vannak jelen meglehetősen sok rokon jellegű vegyület kíséretében.

A különböző aflatoxinokat a mintából először szerves oldószerrel (kloroform:víz 10:1 diatomaföld jelenlétében) extrahálják, majd szilika oszlopon, amelyre vízmentes nátrium szulfátot rétegeznek, előtisztítják (197). A direkt fázisú elválasztáshoz szilika oszlopot, vízzel telített kloroform:ecetsav 9:1 eluent és fluoreszcencia detektort (gerjesztés 360, mérés 425 nm) használtak. Fordított fázisú oszloponok az aflatoxinokat víz-metanol elegyekkel kromatografálják. A módszert borok (198), nyers kávé, földimogyoró, pisztácia (199) valamint hús- és tejtermékek (200) aflatoxin tartalmának meghatározására alkalmazták. Kísérletek történtek helium-kadmium lézer indukált fluoreszcenciás detektálás alkalmazására is (201). A B₁ aflatoxin bomlástermékének tekintett aflatoxin M₁ meghatározására is alkalmaztak adszorpciós (202) és fordított fázisú módszert (203). Szilárd és folyékony tejtermékek aflatoxin M₁ tartalmának meghatározásához az extraktumot először affinitás kromatográfiával előtisztítják, majd C-18 oszlopon választják el 35 °C-on acetonitril:metanol:víz 24:8:68 elegyében. A fluoreszcencia detektor gerjesztési és emissziós hullámhossza 363 illetve 433 nm volt. A kimutatási határt 50 pg/l-nek találták (204). A sajtok aflatoxin M₁ tartalmának meghatározásához az extraktumot szilika előoszlopon tisztították, majd C-18 oszlopon acetonitril:víz 30:70 elegyével határozták meg fluorometriás detektálással. A kimutatási határ mintegy 10 ng/kg volt (205). Folyékony tejtermékekből az aflatoxin M₁ és M₂-t Sep-Pak C-18 oszlopon vonták ki, szilika oszlopon tisztították, trifluorecetsavval származékot képeztek, majd C-18 oszlopon elválasztották. A mozgó fázis víz:2-propánol:acetonitril 80:12:8 térfogatarányú elegye volt. Fluoreszcencia detektort alkalmaztak, a gerjesztési illetve a detektálási hullámhossz 365 ill. >400 nm volt (206).

Az ochratoxin A meghatározásához C-18 oszlopot, ecetsavval pH 4,5-re beállított metanol:víz 70:30 futtatószerrel és fluoreszcencia detektort (gerjesztés 340, mérés 470 nm) alkalmaztak (207). Az ochratoxin A szabad karboxil csoportjának metilezése megkönnyíti az azonosítást (208). Takarmányokból és különböző magvakból az ochratoxin A-t 5% ecetsavat tartalmazó kloroform:metanol (8:2) eleggyel extrahálták, az extraktumot szilika és ciano oszlopon előtisztították. A meghatározás 3 µ-os C-18 oszlopon történt kloroform:etanol:ecetsav 55:45:1 térfogatarányú elegyével. A fluoreszcencia detektor gerjesztési és emissziós hullámhossza 330 és 460 nm volt. A szerzők állítása szerint a fenti módszerrel 0,005 ppm ochratoxin A meghatározható volt (209). Kávéból és kávé tartalmazó termékekből az ochratoxin A-t metanol:1% vizes nátrium-hidrogénkarbonát elegyével extrahálták, C-18 oszlopon előtisztították és a mérést is C-18 oszlopon végezték. A futtatószer acetonitril:víz:0,2 M foszfát puffer (pH 7,5) 50:47:3 arányú elegye volt. A fluoreszcencia detektor gerjesztési és emissziós hullámhosszát 365 illetve 450 nm-nek választották. A termék fajtájától függően a kimutathatósági határ 0,2–5 µg/kg között változott (210).

A *Myrothecium* sp. mikotoxinjait, roridin A-t és verrucarin A-t Versapack szilikagél oszlopon választották el az alábbi program segítségével: 100% diklórmetán induló futtatószer, amely 16 perc alatt éri el a diklórmetán:metanol 9:1 végösszetételt. Detektálás 254 nm (211).

A takarmányokból s szemes terményekből a zearalenont és a zearalenolt kloroformmal extrahálták, C-18 oszlopon választották szét víz:metanol 70:30 elegyével. A fluoreszcencia detektor gerjesztési hullámhossza 236 nm, a detektálási 418 nm volt.

A kimutathatósági határt 10 ng/g-nak találták (212).

A rizsből extrahált ciklosporin A mikotoxint Sephadex oszlopon előtisztították, majd C-18 oszlopon határozták meg acetonitril:víz 80:20 elegyben 212 nm-nél (213).

Egyéb idegen anyagok meghatározása

Az eddig felsoroltakon kívül az élelmiszerekben igen sok természetes és mesterséges eredetű anyag fordul elő, amelyek kimutatása és mennyiségi meghatározása egészségügyi szempontból rendkívül jelentős. Ezek csoportosítása meglehetősen nehéz, ezért a továbbiakban – a teljesség igénye nélkül – csak néhány példát mutatunk be a HPLC ilyen irányú élelmiszeripari alkalmazásáról.

Egyszerű és pontos módszert dolgoztak ki a cisztein-klorid meghatározására kenyér adalékokban. A cisztein szulfhidrid csoportját aromás tioszulfonáttal reagáltatják, a keletkező, stabil diszulfid ultraibolya elnyelése alapján könnyen meghatározhatóvá válik. Az elemzést 10 µm szemcseméretű C-18 oszlopon végezték metanol:víz:ecetsav 30:70:1 arányú keverékével 1,5 ml/perc áramlási sebességgel. A detektálás 254 nm-en történt (214).

A sörök (alkoholtartalmúak és alkoholmentesek) tiramintartalmának meghatározására is dolgoztak ki módszert. A sört Amberlite CG50 oszlopon előtisztítják, majd az elemzést C-18 oszlopon végzik 0,07 mM foszfátpufferrel (pH 4,9), amely 0,1 mM EDTA-t, 0,75 mM hexánszulfonsavat és 6% metanolt tartalmazott. A meghatározáshoz elektrokémiai detektort alkalmaztak (215).

Különböző italféleségek melamin tartalmát kation- és anioncserélő gyantán történő előtisztítás után C-18 oszlopon határozták meg acetonitril:foszfát puffer (pH 3,0) elegyében, amely 0,005 M laurilszulfátot tartalmazott (detektálás 235 nm, kimutathatósági határ 2,5 µg/50 ml) (216).

A *Lactobacillus bulgaricus* által termelt antimikrobiális hatású anyagokat a tenyészettről vízzel extrahálták, preparatív oszlopon (Lobar LiChroprep RC-8, grádiens elúció víz:metanol és víz:2-propanol elegyekkel) előtisztították, majd Bio-Rad ODS-5 oszlopon választották el programozott futtatószer grádienssel 0,05 M foszfát puffer (pH 4) mint kiindulási és 1:1 metanol:foszfát puffer mint végső futtatószer között (detektálás 210 nm-en) (217).

A halakból az ampicillint metanollal extrahálták, az extraktumot Florisil előoszlopon tisztították, majd a mennyiségi meghatározást Nucleosil C-18 oszlopon 30 °C hőmérsékleten végezték metanol:puffer pH=6,0 15:85 térfogatarányú elegyével. A detektálás 222 nm hullámhosszon történt. A kimutatási határt 0,03 ppm-ben adták meg (218). A csirkehúsból a spiramicint acetonitrillel vonták ki, majd puffer – hexán és puffer – dietiléter megoszlással tisztították, a HPLC vizsgálat előtt kloroformban vették fel. A meghatározást Zorbax BP-C-8 oszlopon végezték metanol: 0,4% H₃PO₄ 7:3 elegyével, amely 0,2% 1 heptánszulfonsav nátriumot tartalmazott. Detektálás 231 nm. A kimutatási határt 0,05 ppm-nek találták (219). Takarmánykeverékekből a rotenont ecetsav-acetonitril eleggyel vonták ki, majd C-18 oszlopon elemezték acetonitril:víz 60:40 elegyével, detektálás 280 nm-en (220). A csirkéből metanollal vonták ki az amproliumot, folyadékextrakcióval tisztították, majd Hibar LiChrosorb RP-8 oszlopon határozták meg acetonitril:0,2 M KH₂PO₄

elegyével, amely 5 mM 1-hexánszulfonsav nátriumot tartalmazott. A detektálást 270 nm-nél illetve fluoreszcencia módban végezték (367 és 470 nm) (221).

Különböző élelmiszerek steviozid és rebaudiozid tartalmát Finepak SIL NH₂ oszlopon határozták meg víz:acetonitril 80:45 térfogatarányú elegyével, amely 0,17% tetrabutil-ammonium-foszfátot tartalmazott. A keresett vegyületeket 210 nm hullámhosszon detektálták (222).

Gabonafélék nivalenol és dezoxinivalenol tartalmát az extraktum alumínium-oxid, aktív szén és kationcserélő oszlopon történő előtisztítása után C-18 oszlopon határozták meg metanol:víz 14:86 és 10:90 arányú elegyében 222 nm hullámhossznál (223).

Élelmiszerek benzaldehid szintjét ciano oszlopon határozták meg metanol-víz-0,1 M NaCl eluens rendszerben Bondapak CN oszlopon fotoelektrokémiai detektorral. A detektor 1 ng szintig érzékel (224).

A gyümölcslevek 2,5-dimetil-4-oxi-3(2H)-furanon tartalmának meghatározását a fehérjék előzetes lecsapása és C-18 Sep-Pak oszlopon történő előtisztítás után Zorbax ODS oszlopon végezték 30 °C hőmérsékleten 0,05 M nátrium acetát:metanol 7:3 arányú elegyével (detektálás 290 nm-en) (225).

A csirkehús malonaldehid tartalmát C-18 Radial Pak Cartridge-on határozták meg acetonitril és 0,5% ecetsav azonos arányú elegyével (226).

A kagylókban felgyülemlett policiklikus vegyületeket a minták elszappanosítása után 2,2,4-trimetilpentánnal extrahálták, az extraktumot Bio-Beads SX-3 oszlopon előtisztították. Az előelválasztás frakcióit C-18 oszlopon választották szét nemlineáris futtatószer programmal acetonitril:víz elegyekben. A detektáláshoz UV enyvelést 254 nm hullámhosszon, illetve fluoreszcencia detektort használtak (gerjesztés 280 nm, kibocsátás 389 nm) (227).

A búzából az anyarozs alkaloidokat ammóniás etilacetáttal vonták ki, majd visszavasanyítás után diklórmétánnal újra extrahálták. Az extraktumot 10 μ-os polisztirol/divinilbenzol gyantán választották el acetonitril:0,05 M diammoniumfoszfát 55:45 arányú elegyében (pH 10,0). Fluoreszcencia detektort alkalmaztak (228).

A gyomirtó hatású fluridon (1-metil-3-fenil-5-(3-(trifluormetil)fenil)-4(1H)-piridon) és bomlásterméke mennyiségét halakban metanolos extrakció, savas hidrolízis és Sep-Pak oszlopon történő előtisztítás után C-18 oszlopon határozták meg 35 °C hőmérsékleten víz:metanol lineáris grádiens segítségével. Detektálás 313 nm-en. A kimutathatósági határ 0,04 ppm volt (229).

A tehéntejből sósavas feltárás, extrakció és lúgos hidrolízis után határozták meg a Morantel tartarátot: (1,4,5,6-tetrahidro-1-metil-2-(transz-2-(3-metil-2-tienil)vinil)pirimidine tartarát). Az elválasztást Radial-Pak A oszlopon végezték metanol:acetonitril:víz:ecetsav 40:10:49:1 arányú elegyében 313 nm-es detektálással (230).

A halakból és a növényekből a fluorent metil-terc. butiléterrel extrahálták, majd gélkromatográfiával, szilikán és aktív szénen történő adszorpcióval előtisztították. A meghatározás Zorbax ODS oszlopon történt acetonitril:víz 80:20 elegyével. A detektáláshoz UV adszorpciót (254 nm) és fluoreszcencia detektort (254, 360 nm) alkalmaztak (231).

Ital alapanyagokat dioktilszulfoszukcinát (nátriumsó) tartalmát folyadékmeegosztásos rendszerben (víz, kloroform, aceton) vonták ki, a szerves fázist mosták, majd 10 μ-os ciano oszlopon aceton:0,01M KH₂PO₄ 1:4 elegyében elemezték. A detektáláshoz utólagos kloroformos extrakciót, majd metilénkék hozzáadása után 546 nm-en történő extinkció mérést alkalmaztak (232).

Baromfihúsból a ciklopiazonsavat kloroform:metanol eleggyel extrahálták, az extraktumot nátrium-hidroxid oldattal mosták, majd szilika oszlopon előtisztították. A futtatószer 0,25% 4-dodecildietil-triamint és 0,01 M cinkacetátot tartalmazó 10%-os ammónium-acetát (pH 7,3):víz:2-propanol:acetonitril 1:2:3:4 térfogatarányú elegye volt, a detektálás 284 nm-en történt (233).

A sörök toxikus 2-acetil-4(5)-tetraoxibutil imidazol tartalmát C-18 oszlopon mérték, az eluens desztillált víz volt (detektálás 287 nm) (234).

A mérges gombák pszihotrop triptamin származékait (pszilobicin, pszilocin és baecystin) fordított fázisú oszlopon választották szét metanol-0,3 M ammónium acetát grádiens elúcióval (detektálás 269 nm-en) (235).

IRODALOM

- (1) Snyder, R. L. és Kirkland, J. J.: Bevezetés az intenzív folyadékkromatográfiába. Budapest, Műszaki Könyvkiadó, 1979.
- (2) Szepesi, G.: Nagyhatékonyságú folyadékkromatográfia (HPTLC) és gyógyszeranalitikai alkalmazása. Magyar Gyógyszerészeti Társaság, Budapest, 1987.
- (3) Laurent, C. J. C. M., Billiet, H. A. H. és De Galan, L.: J. Chromatogr. 285 (1984) 161.
- (4) Laurent, C. J. C. M., Billiet, H. A. H., De Galan, L., Buitenhuys, F. A. és Van Der Maeden, F. P. B.: J. Chromatogr. 287 (1984) 45.
- (5) Lingeman, H., Van Munster, H. A., Beynen, J. H., Munderber, W. J. és Hulshoff, A.: J. Chromatogr. 352 (1986) 261.
- (6) Fekete, J., Horvai, Gy., Niegreis, Zs., Tóth, K. és Pungor, E.: Magyar Kém. Folyóirat 91 (1981) 201.
- (7) Fekete, J., Horvai, Gy., Szücs, L., Sárkány, P., Niegreis, Zs., Tóth, K. és Pungor, E.: Hung. Sci. Instruments 59 (1985) 33.
- (8) Horvai, Gy., Fekete, J., Niegreis, Zs. és Pungor, E.: J. Chromatogr. 385 (1987) 25.
- (9) Sweely, C. C., Bentley, R., Makita, M. és Wells, W. W.: J. Am. Chem. Soc. 85 (1963) 2497.
- (10) Wells, G. B. és Lester, R. L.: Analyt. Biochem. 97 (1979) 184.
- (11) Schwarzenbach, R.: J. Chromatogr. 117 (1976) 206.
- (12) Jones, A. D., Burns, I. W., Sellings, S. G. és Cox, J. A.: J. Chromatogr. 144 (1977) 169.
- (13) Scobell, H. D., Brobst, K. M. és Steele, E. M.: Cereal Chem. 54 (1977) 905.
- (14) Timbie, D. J. és Keeney, P. G.: J. Food Sci. 42 (1977) 1590.
- (15) Hurst, W. J. és Martin, R. A.: J. Assoc. Off. Anal. Chem. 60 (1977) 1180.
- (16) Havel, E., Tweeten, T. N., Seib, P. A., Wetzler, D. L. és Liang, Y. T.: J. Food Sci. 42 (1977) 666.
- (17) Hurst, W. J., Martin, R. A. és Zoumass, B. L.: J. Food Sci. 44 (1979) 892.
- (18) Warthesen, J. J. és Kramer, P. L.: J. Food Sci. 44 (1979) 626.
- (19) Black, L. T. és Bagley, E. B.: J. Am. Oil Chem. Soc. 55 (1978) 228.
- (20) Hunt, D. C., Jackson, P. A., Mortlock, R. E. és Kirk, R. S.: Analyst, Lond. 102 (1977) 917.
- (21) Euber, J. R. és Brummer, J. R.: J. Dairy Sci. 62 (1979) 685.
- (22) Lattanzio, V., Bianco, V. V., Miccolis, V. és Linsalata, V.: Food Chemistry 22 (1986) 17.
- (23) Yu, Z. R. és Chang, B. H.: J. Food Sci. 51 (1986) 1501.
- (24) Chein, C. S. és Su, J. C.: J. Food Sci. 52 (1987) 673.
- (25) Sheu, M. J. és Schlimme, D. V.: J. Food Sci. 52 (1987) 732.

- (26) Wight, A. W. és Datel, J. M.: *J. Food Chemistry* 21 (1986) 167.
- (27) Liu, K. és Markakis, P.: *J. Food Sci.* 52 (1987) 222.
- (28) Brooks, J. R. és Griffin, V. K.: *J. Food Sci.* 52 (1987) 712.
- (29) Bush, K. J., Rusell, R. W. és Young, J. W.: *J. Liquid Chromat.* 2 (1979) 1367.
- (30) Borch, R. F.: *Analyt. Chem.* 47 (1975) 2347.
- (31) Pei, P. T. S., Kossa, W. C. Ramachandran, S. és henly, R. S.: *Lipids* 11 (1976) 814.
- (32) Gertz, von Ch.: *Fat Sci. Technol.* 89 (1987) 320.
- (33) Wurzenberger, M. és Grosch, W.: *Lipids* 21 (1986) 261.
- (34) Shibahara, A., Yamamoto, K., Nakayama, T. és Kajimoto, G.: *Lipids* 21 (1986) 388.
- (35) Pei, P. T. S., Henly, R. S. és Ramachandran, S.: *Lipids* 10 (1975) 152.
- (36) Plattner, R. D., Spencer, G. F. és Kleiman, R.: *J. Am. Oil Chem. Soc.* 54 (1977) 511.
- (37) Herslof, B., Podlaha, O. és Toregard, B.: *J. Am. Oil Chem. Soc.* 56 (1979) 864.
- (38) Vonach, B. és Schomburg, G.: *J. Chromatogr.* 149 (1978) 417.
- (39) El-Hamdy, A. H. és Perkins, E. G.: *J. Am. Oil Chem. Soc.* 58 (1981) 49.
- (40) Jensen, G. W.: *J. Chromatogr.* 204 (1981) 407.
- (41) Takano, S. és Kondoh, Y.: *J. Am. Oil Chem. Soc.* 64 (1987) 380.
- (42) Frede, E. és Thiele, H.: *J. Am. Oil Chem. Soc.* 64 (1987) 521.
- (43) Singleton, J. A. és Pattee, H. E.: *J. Am. Oil Chem. Soc.* 64 (1987) 534.
- (44) Christie, W. W.: *J. High Resol. Chrom.* 10 (1987) 148.
- (45) Akihisa, T., Shimizu, N., Tamura, T. és Matsumoto, T.: *Lipids* 21 (1986) 491.
- (46) Akihisa, T., Shimizu, N., Tamura, T. és Matsumoto, T.: *Lipids* 21 (1986) 494.
- (47) Akihisa, T., Shimizu, N., Tamura, T. és Matsumoto, T.: *Lipids* 21 (1986) 515.
- (48) Jungalwala, F. B., Evans, J. E. és McCluer, R. H.: *Biochem. J.* 155 (1976) 55.
- (49) Fager, R. S., Saphiro, S. és Litman, B. J.: *J. Lipid. Res.* 18 (1977) 704.
- (50) Hurst, W. J. és Marin, R. A.: *J. Am. Oil Chem. Soc.* 57 (1980) 307.
- (51) Kiuchi, K., Ohta, T. és Ebine, H.: *J. Chromatogr.* 133 (1979) 226.
- (52) Hanson, V. L., Osborn, T. W., Park, J. Y., Walker, W. V. és Kivel, R. M.: *Fedn Proc. Am. Socs exp. Biol.* 39 (1980) 1040.
- (53) Hanson, V. L., Park, J. Y. és Kival, R. M.: *J. Chromatogr.* (1981) 393.
- (54) Kaitaranta, J. K., Geiger, P. J. és Bessman, S. P.: *J. Chromatogr.* 206 (1981) 327.
- (55) Porter, N. A., Wolf, R. A. és Nixon, J. R.: *Lipids* 14 (1979) 20.
- (56) Compton, B. J. és Purdy, W. C.: *J. Liquid Chromat.* 3 (1980) 1183.
- (57) Sheely, R. M., Hurst, W. J., Sheeley, D. M. és Martin, R. A. Jr.: *J. Liquid Chrom.* 10 (1987) 3173.
- (58) Heinze, T., Kynast, G., Dudenhausen, J. W., Schmitz, C. és Saling, E.: *Chromatographia* 25 (1988) 497.
- (59) Odham, G., Valeur, A., Michelsen, P. és Aronsson, É.: *J. Chromatogr.* 434 (1988) 31.
- (60) Parrish, D. B.: *CRC crit. Rev. Fd. Sci. Nutr.* 9 (1977) 375.
- (61) Thompson, J. N. és Maxwell, W. B.: *J. Assoc. Off. Anal. Chem.* 60 (1977) 766.
- (62) Aitzetmüller, K., Pilz, J. és Tasche, F.: *Fette Seifen Anstrichmitt.* 81 (1979) 40.
- (63) Thompson, J. N., Natina, G. és Maxwell, W. B.: *J. Assoc. Off. Anal. Chem.* 63 (1980) 894.
- (64) Widicus, W. A. és Kirk, J. R.: *J. Assoc. Off. Anal. Chem.* 62 (1979) 637.
- (65) Bui-Nguyen, M. H. és Blanc, B.: *Experientia* 36 (1980) 374.
- (66) Egberg, D. C., Heroff, J. C. és Potter, R. H.: *J. Agric. Food chem.* 25 (1977) 1127.
- (67) Weedon, B. C. L.: in *Carotenoids* (Szerk.: Isler, O.), Birkhauser Verlag, Basel, 1971. 29.
- (68) Bauernfeind, J. C., Brubacher, G. B., Klau, H. M. és Marusich, W. L.: in *Carotenoids* (Szerk.: Isler, O.), Birkhauser Verlag, Basel, 1971. 744.
- (69) Van Niekerk, P. J. és Du Plessis, L. M.: *S. Afr. Fd. Rev.* 3 (1976) 167.

- (70) Stewart, I.: *J. Assoc. Off. Anal. Chem.* 60 (1977) 132.
- (71) Landen, W. O. és Eitenmüller, R. R.: *J. Assoc. Off. Anal. Chem.* 62 (1979) 283.
- (72) Calabra, G., Micali, G. és Curro, P.: *Atti-Conv. naz. Olii Essenz. Deriv. Agrum.* 7 (1978) 171.
- (73) Henderson, S. K. és Wickroski, A.: *J. Assoc. Off. Anal. Chem.* 61 (1978) 1358.
- (74) Adachi, A. és Kobayashi, T.: *J. Nutr. Sci. Vitaminol.* 25 (1979) 67.
- (75) Ali, S. L.: *Fresenius Z. analyt. Chem.* 293 (1978) 131.
- (76) Wiggins, R. A.: *Chem. Ind.* 20 (1977) 841.
- (77) Hofsass, H., Grant, A., Alicono, N. J. és Greenbaum, S. B.: *J. Assoc. Off. Anal. Chem.* 59 (1976) 251.
- (78) Tanaka, Y., De Luca, H. F. és Ikekawa, N.: *Methods Enzymol.* 67 (1980) 370.
- (79) Thompson, J. N., Maxwell, W. B. és L Abbé, M.: *J. Assoc. Off. Anal. Chem.* 60 (1977) 998.
- (80) Egaas, E. és Lambertsen, G.: *Int. J. Vitam. Nutr. Res.* 49 (1979) 35.
- (81) Henderson, S. K. és McLean, L. A.: *J. Assoc. Off. Anal. Chem.* 62 (1979) 1358.
- (82) Cohen, H. és Wakeford, B.: *J. Assoc. Off. Anal. Chem.* 63 (1980) 1163.
- (83) Van Niekerk, P. J. és Smit, S. C. C.: *J. Am. Oil Chem. Soc.* 57 (1980) 417.
- (84) Koshy, K. T. és Van der Slik, A. L.: *J. Agric. Fd Chem.* 27 (1979) 180.
- (85) Thompson J. N., Hatina, G. és Maxwell, W. B.: *Proceedings of the 9th Material Research Symposium, National Bureau of Standards, Special Publication 519 (1979) 279.*
- (86) Deldime, P., Lefebvre, G., Sadin, és Wybauw, M.: *Revue fr. Corps Gras* 27 (1980) 279.
- (87) Barnett, S. A., Frick, L. W. és Baine, H. M.: *Anal. Chem.* 52 (1980) 610.
- (88) Williams, A. T. R.: *J. Chromatogr.* 341 (1985) 198.
- (89) Huang, M. L., Buckart, G. J. és Venkataraman, R.: *J. Chromatogr.* 380 (1986) 331.
- (90) Cholerton, S. és Park, B. K.: *J. Chromatogr.* 375 (1986) 147.
- (91) Henshall, A.: *Liquid Chromatographic Analysis of Food and Beverages. Vol. 1. (Szerk.: Charalambous, G.)*, Academic Press, New York, 1979. 31.
- (92) Ang, C. Y. W. és Moseley, F.: *J. agric. Fd. Chem.* 28 (1980) 483.
- (93) Toma, R. B. és Tabekhia, M. M.: *J. Food Sci.* 44 (1979) 263.
- (94) Kamman, J. F., Labuza, T. P. és Warthesen, J. J.: *J. Food Sci.* 45 (1980) 1497.
- (95) Rouseff, R.: *Liquid Chromatographic Analysis of Food and Beverages. Vol. 1. (Szerk.: Charalambous, G.)*, Academic Press, New York, 1979. 161.
- (96) Wiggins, R. A.: *The Importance of Vitamins to Human Health, Proceedings of the Kellogg Nutrition Symposium. MTP, Lancaster, 1979. 9.*
- (97) Williams, A. T. R. és Slavin, W.: *Chromat. Newslt.* 5 (1977) 9.
- (98) Lim, K. L., Young, R. W. és Driskell, J. A.: *J. Chromatogr.* 188 (1980) 285.
- (99) Gregory, J. F.: *J. Agr. Food Chem.* 28 (1980) 486.
- (100) Vanderslice, J. T., Maire, C. E., Doherty, R. F. és Beecher, G. R.: *J. Agr. Food Chem.* 28 (1980) 1145.
- (101) Achinewhu, S. C. és Ryley, J.: *Food Chemistry* 20 (1986) 243.
- (102) Amin, M. és Reusch, J.: *J. Chromatogr.* 390 (1987) 448.
- (103) Osborne, D. R. és Voogt, P.: *The Analysis of Nutrients in Food*, Academic Press, New York, 1978.
- (104) Tyler, T. A. és Shrago, R. R.: *J. Liq. Chromatogr.* 3 (1980) 269.
- (105) Allen, B. A. és Newman, R. R.: *J. Chromatogr.* 190 (1980) 241.
- (106) Reingold, R. N., Picciano, M. F. és Perkins, E. G.: *J. Chromatogr.* 190 (1980) 237.
- (107) Pachla, L. A. és Kissinger, P. T.: *Methods Enzymol.* 62 (1979) 15.
- (108) Augustin, J., Beck, C. és Marousek, G. I.: *J. Food Sci.* 46 (1981) 312.
- (109) Geigert, J., Hirano, D. S. és Neidleman, S. L.: *J. Chromatogr.* 206 (1981) 396.
- (110) Doner, L. W. és Hicks, K. B.: *Anal. Biochem.* 115 (1981) 225.

- (111) Coustaad, J. M. és Sudraub, G.: *J. Chromatogr.* 219 (1981) 338.
- (112) Ziegler, S. J., Meier, B. és Sticher, O.: *J. Chromatogr.* 391 (1987) 419.
- (113) Taso, C. S. és Salimi, S. L.: *J. Chromatogr.* 245 (1982.) 355.
- (114) Mason, W. O., Amick, E. N. és Heft, W.: *Anal. Lett.* 13 (1980) 818.
- (115) Seki, T., Yamaguchi, J., Noguchi, K. és Yanagihara, Y.: *J. Chromatogr.* 385 (1987) 287.
- (116) Moll, N. és Joly, J. P.: *J. Chromatogr.* 405 (1987) 347.
- (117) Symmonds, P.: *Annl. Nutr. Aliment.* 32 (1978) 957.
- (118) Rapp, A. és Ziegler, A.: *Dt. Lebensmitt. Rdsch.* 76 (1979) 396.
- (119) Coppola, E. D., Conrad, E. C. és Cotter, R.: *J. Assoc. Off. Anal. Chem.* 61 (1978) 1490.
- (120) Jeuring, H. J., Brands, A. és van Doorninck, P.: *Z. Lebensmittelunters. u. Forsch.* 168 (1979) 185.
- (121) Bigliardi, D., Gherardi, S. és Poli, M.: *Indust. Conserve* 54 (1979) 209.
- (122) Libert, B.: *J. Chromatogr.* 210 (1981) 540.
- (123) Saito, I., Oshima, H., Kawamura, N., Uno, K. és Yamada M.: *J. Assoc. Off. Anal. Chem.* 70 (1987) 507.
- (124) Coppola, E. D. és Starr, M. S.: *J. Assoc. Off. Anal. Chem.* 69 (1986) 594.
- (125) Hammond, K. J.: *J. Assoc. Off. Publ. Analysts* 16 (1978) 17.
- (126) Page, D. B.: *J. Assoc. Off. Anal. Chem.* 62 (1979) 1239.
- (127) King, W. P., Joseph, K. T. és Kissinger, P. T.: *J. Assoc. Off. Anal. Chem.* 63 (1980) 137.
- (128) Woodward, B. B., Hefflinger, G. P. és Ruggles, D. I.: *J. Assoc. Off. Anal. Chem.* 62 (1979) 1011.
- (129) Szokolay, A. M.: *J. Chromatogr.* 187 (1980) 249.
- (130) Veerabhadrarao, M., Narayan, M. S., Kapur, O. és Sastry, C. S.: *J. Assoc. Off. Anal. Chem.* 70 (1987) 578.
- (131) Sjoberg, A. K. és Alanko, T. A.: *J. Assoc. Off. Anal. Chem.* 70 (1987) 58.
- (132) Dokladolova, J., Barton, A. Y. és Mackenzie, E. A.: *J. Assoc. Off. Anal. Chem.* 63 (1980) 664.
- (133) Brandao, S. C. C., Richmond, M. L., Gray, J. I., Morton, I. D. és Stine, C. M.: *J. Food Sci.* 45 (1980) 1492.
- (134) Richmond, M. L., Brandao, S. C. C., Gray, J. I., Markakis, P. és Stine, C. M.: *J. Agric. Fd Chem.* 29 (1981) 4.
- (135) Fox, L., Anthony, G. D. és Lau, E. P. K.: *J. Assoc. Off. Anal. Chem.* 59 (1976) 1048.
- (136) Lawrence, J. F. és Iyengar, J. R.: *J. Chromatogr.* 404 (1987) 261.
- (137) Verzele, M. és De Potter, M.: *J. Chromatogr.* 166 (1978) 320.
- (138) Whitt, J. T. és Cuzner, J.: *J. Am. Soc. Brew. Chem.* 37 (1979) 41.
- (139) Qureshi, A. A., Burger, W. C. és Prentice, N.: *J. Am. Soc. Brew. Chem.* 37 (1979) 153.
- (140) Qureshi, A. A., Burger, W. C. és Prentice, N.: *J. Am. Soc. Brew. Chem.* 37 (1979) 161.
- (141) Van Duijn, J. és Van der Stegen, G. H. D.: *J. Chromatogr.* 179 (1979) 199.
- (142) Kreiser, W. R. és Martin, R. A.: *J. Assoc. Off. Anal. Chem.* 61 (1978) 1424.
- (143) Timbie, D. J., Sechrist, L. és Keeney, P. G.: *J. Food Sci.* 43 (1978) 560.
- (144) Jürgens, U. és Riessner, R.: *Dt. Lebensmitt. Rdsch.* 76 (1980) 39.
- (145) Apffel, J. A., Alfredson, J. V. és Majors, R. E.: *J. Chromatogr.* 206 (1981) 43.
- (146) Rouseff, R. L. és Fisher, J. F.: *Anal. Chem.* 52 (1980) 1228.
- (147) Fisher, J. F.: *J. Agr. Food Chem.* 26 (1978) 497.
- (148) Latz, H. W. és Ernes, D. A.: *J. Chromatogr.* 166 (1978) 189.
- (149) Ross, M. S. F.: *J. Chromatogr.* 160 (1978) 199.
- (150) Jones, B. B., Clark, B. C. és Iacobucci, G. A.: *J. Chromatogr.* 178 (1979) 575.

- (151) Micali, G., Curro, P. and Calabro, G.: *J. Chromatogr.* 194 (1980) 245.
- (152) Verzele, M., Mussche, P. és Qureshi, S. A.: *J. Chromatogr.* 172 (1979) 493.
- (153) Verzele, M. és Qureshi, S. A.: *Chromatographia* 13 (1980) 241.
- (154) Van der Greef, Nijssen, L. M., Maarse, H. és De Braun, M. T. N.: *Progress in Flavour Research 1984. Proc. of 4th Weurman Flavour Research Symposium. Dourdan, France. 9 - 11 May 1984.* Szerk.: Adda, J. Elsevier, Amsterdam, 1985.
- (155) Vam Gemert, L. J., Nijssen, L. M. De Bie, A. T. H. J. és Maarse, H.: *Sensory Quality in Foods and Beverages. Definition, Measurement and Control.* Szerk.: Williams, A. A. és Atkin, R. K. Chichester, Howood, 1983. 266.
- (156) Woodbury, J. E.: *J. Assoc. Off. Anal. Chem.* 63 (1980) 556.
- (157) Qureshi, A. A., Prentice, N. és Burger, W. C.: *J. Chromatogr.* 170 (1979) 343.
- (158) Allen, B. H. és Chin, H. B.: *J. Assoc. Off. Anal. Chem.* 63 (1980) 1074.
- (159) Alfonso, F. C., Martin, G. E. és Dyer, R. H.: *J. Assoc. Off. Anal. Chem.* 63 (1980) 1310.
- (160) Estrella, M. I., Hernandez, M. T. és Olano, A.: *Food Chemistry* 20 (1986) 137.
- (161) Lattanzio, V. és van Sumere, C. F.: *Food Chemistry* 24 (1987) 37.
- (162) Clifford, M. N. Shutler, S., Thomas, G. A. és Ohiokepehai, O.: 24 (1987) 99.
- (163) Pompei, C., Rossi, M. és Barozzi, E.: *J. Food Sci.* 51 (1986) 1498.
- (164) Uhling, J. W., Chang, A. és Jen, J. J.: *J. Food Sci.* 52 (1987) 658.
- (165) Puttemans, M. L., Dryon, L. és Massart, D. L.: *Anal. Chim. Acta* 113 (1980) 307.
- (166) Van Petteghem, C. és Bijl, J.: *J. Chromatogr.* 210 (1979) 113.
- (167) Boley, N. P., Bunton, N. G., Crosby, N. T., Johnson, A. E., Roper, P. és Somers, L.: *Analyst, Lond.* 105 (1980) 589.
- (168) Bailey, J. E.: *J. Assoc. Off. Anal. Chem.* 63 (1980) 565.
- (169) Cox, E. A. és Reed, G. F.: *J. Assoc. Off. Anal. Chem.* 64 (1981) 324.
- (170) Lawrence, J. F., Lancaster, F. E. és Conacher, H. B. S.: *J. Chromatogr.* 210 (1981) 168.
- (171) Puttemans, M. L., Dryon, L. és Massart, D. L.: *J. Assoc. Off. Anal. Chem.* 64 (1981) 1.
- (172) Jandrea, P. és Churacek, J.: *J. Chromatogr.* 197 (1980) 181.
- (173) Hurst, W. J., McKim, J. M. és Martin, R. A. Jr.: *J. Food Sci.* 46 (1981) 419.
- (174) Braumann, T. és Grimme, L. H.: *J. Chromatogr.* 170 (1979) 264.
- (175) Schwartz, S. J., Woo, S. L. és von Elbe J. H.: *Agr. Food Chem.* 29 (1981) 533.
- (176) Anderson, O. M.: *J. Food Sci.* 52 (1987) 665.
- (177) Chandler, L. A. és Schwartz, S. J.: *J. Food Sci.* 52 (1987) 669.
- (178) Pasek, C. A. és Warthesen, J. J.: *J. Food Sci.* 52 (1987) 744.
- (179) Lauren, D. R. McNaughton, D. E. és Agnew, M. P.: *J. Assoc. Off. Anal. Chem.* 70 (1987) 428.
- (180) Curro, P. Micali, G. és Lanuzza, F.: *J. Chromatogr.* 404 (1987) 273.
- (181) Williams, A. P. in *HPLC in Food Analysis.* (Szerk.: Macrae, R.) Academic Press. London, 1984, 285.
- (182) Bidlingmeyer, B. A., Cohen, S. A., Tarvin, T. L. és Frost, B.: *J. Assoc. Off. Anal. Chem.* 70 (1987) 241.
- (183) Beaver, R. W., Wilson, D. M., Jones, H. M. és Haydon, K. D.: *J. Assoc. Off. Anal. Chem.* 70 (1987) 425.
- (184) Ashworth, R. B.: *J. Assoc. Off. Anal. Chem.* 70 (1987) 248.
- (185) Willis, D. E.: *J. Chromatogr.* 408 (1987) 217.
- (186) Iwaki, K., Nimura, N., Hiraga, Y., Kinoshita, T., Takeda, K. és Ogura, H.: *J. Chromatogr.* 407 (1987) 273.
- (187) Reitsma, B. H. és Yeung, E. S.: *Anal. Chem.* 59 (1987) 1059.
- (188) Kam, P. L., Lin, C. C. és Chang, G. G.: *Int. J. Peptide Protein Res.* 30 (1987) 217.
- (189) Takeuchi, T., Asai, H. és Ishii, D.: *J. Chromatogr.* 357 (1986) 409.
- (190) Takeuchi, T., Asai, H. és Ishii, D.: *J. Chromatogr.* 407 (1987) 151.

- (191) Iwaki, K., Yoshida, S., Nimura, Kinoshita, T., Takeda, K. és Ogura, H.: *J. Chromatogr.* 404 (1987) 117.
- (192) Shinbo, T., Yamaguchi, T., Nishimura, K. és Sugiura, M.: *J. Chromatogr.* 405 (1987) 145.
- (193) Gonzalez, D. L., Ramos, M. és Polo, C.: *Chromatographia* 23 (1987) 764.
- (194) Reitsma, B. H. és Yeung, E. S.: *J. Chromatogr.* 405 (1987) 295.
- (195) Kim, I. A., Chism, G. W. és Mangino, M. E.: *J. Food Sci.* 52 (1987) 124.
- (196) Morr, C. V.: *J. Food Sci.* 52 (1987) 312.
- (197) Association of Official Analytical Chemists. *Official Methods of Analysis*. 13th edn. Association of Official Analytical Chemists, Washington D. C. (1980) Chap. 26, p. 26. 026.
- (198) Takahashi, M.: *J. Assoc. Off. Anal. Chem.* 60 (1977) 799.
- (199) Beebe, R. M.: *J. Assoc. Off. Anal. Chem.* 61 (1978) 1347.
- (200) Gregory, J. F. és Manley, D.: *J. Assoc. Off. Anal. Chem.* 64 (1981) 144.
- (201) Diebold, G. J., Karni, N. és Zare, R. N.: *Anal. Chem.* 51 (1979) 67.
- (202) Blanc, M.: *Industries Alimentaires et Agricoles* 1980 (1980) 893.
- (203) Winterlin, W., Hall, G. és Hsieh, D. P.: *Anal. Chem.* 5 (1979) 1873.
- (204) Mortimer, D. N., Gilbert, J. és Shepherd, M. J.: *J. Chromatogr.* 407 (1987) 393.
- (205) Bijl, J. P., van Peteghem, C. H. és Dekeyser, D. D.: *J. Assoc. Off. Anal. Chem.* 70 (1987) 472.
- (206) Stubblefield, R. D. és Kwolek, W. F.: *J. Assoc. Off. Anal. Chem.* 69 (1986) 880.
- (207) Joseffson, E. és Möller, T.: *J. Assoc. Off. Anal. Chem.* 62 (1979) 1165.
- (208) Hunt, D. C., McConnie, B. R. és Crosby, N. T.: *Analyst*, London, 104 (1979) 89.
- (209) Cohen, H. és Lapointe, M.: *J. Assoc. Off. Anal. Chem.* 69 (1986) 957.
- (210) Terada, H., Tsubouchi, H., Yamamoto, H., Hisada, K. és Sakabe, Y.: *J. Assoc. Off. Anal. Chem.* 69 (1986) 960.
- (211) Fernando, T. és Bean, G.: *Food Chemistry* 20 (1986) 235.
- (212) Bagneris, R. W., Gaul, J. A. és Ware, G. M.: *J. Assoc. Off. Anal. Chem.* 69 (1986) 894.
- (213) Edwards, J. V. és Lillehoj, E. B.: *J. Assoc. Off. Anal. Chem.* 70 (1987) 126.
- (214) Healey, K., Carnevale, J. és Cole, E. R.: *Proc. 9th Australian Symposium Anal. Chem.* 1 (1987) 205-208.
- (215) Wheatley, A. M. és Tipton, K. F.: *J. Food Biochem.* 11 (1987) 133.
- (216) Ishiwata, H., Inoue, T., Yamazaki, T. és Yoshihira, K.: *J. Assoc. Off. Anal. Chem.* 70 (1987) 457.
- (217) Abdel-Bar, N., Harris, N. D. és Rill, R. L.: *J. Food Sci.* 52 (1987) 411.
- (218) Nagata, T. és Saeki, M.: *J. Assoc. Off. Anal. Chem.* 69 (1986) 448.
- (219) Nagata, T. és Saeki, M.: *J. Assoc. Off. Anal. Chem.* 69 (1986) 644.
- (220) Kline, D. A., Hanna, G. R., Honaker, C. B., Kuhn, G. O. és Jameson, C. W.: *J. Assoc. Off. Anal. Chem.* 69 (1986) 660.
- (221) Nagata, T. és Saeki, M.: *J. Assoc. Off. Anal. Chem.* 69 (1986) 941.
- (222) Fujinuma, K., Saito, K., Nakazato, M., Kikuchi, Y., Ibe, A. és Nishima, T.: *J. Assoc. Off. Anal. Chem.* 69 (1986) 799.
- (223) Lauren, D. R. és Greenhalgh, R.: *J. Assoc. Off. Anal. Chem.* 70 (1987) 479.
- (224) Lcourse, W. R. és Krull, I. S.: *Anal. Chem.* 59 (1987) 49.
- (225) Lee, H. S. és Nagy, S.: *J. Food Sci.* 52 (1987) 163.
- (226) McNeill, J., Kakuda, Y. és Findlay, C.: *J. Food Sci.* 52 (1987) 568.
- (227) Musial, C. J. és Uthe, J.: *J. Assoc. Off. Anal. Chem.* 69 (1986) 462.
- (228) Ware, G. M., Carman, A. S., Francis, A. J. és Kuan, S. S.: *J. Assoc. Off. Anal. Chem.* 69 (1986) 697.
- (229) West, S. D. és Day, E. W.: *J. Assoc. Off. Anal. Chem.* 69 (1986) 856.
- (230) Lynch, J. M., Mosher, F. R., Brunner, L. A. és Bartolucci, S. R.: *J. Assoc. Off. Anal. Chem.* 69 (1986) 931.

- (231) Lebo, J. A. és Smith, L. M.: J. Assoc. Off. Anal. Chem. 69 (1986) 944.
 (232) Lawrence, J. F.: J. Assoc. Off. Anal. Chem. 70 (1987) 15.
 (233) Norred, W. P., Dorner, J. W. és Landsen, J. A.: J. Assoc. Off. Anal. Chem. 70 (1987) 121.
 (234) Lawrence, J. F. és Charbonneau, C. F.: J. Chromatogr. 407 (1987) 405.
 (235) Borner, S. és Brenneisen, R.: J. Chromatogr. 408. (1987) 402.

NAGYTELJESÍTMÉNYŰ FOLYADÉKKROMATOGRÁFIA ALKALMAZÁSA AZ ÉLELMISZERANALITIKÁBAN

Cserhádi T.

A közlemény áttekintést ad a nagyteljesítményű folyadékkromatográfia élelmiszeranalitikai alkalmazásáról és annak problémáiról. Részletesen ismerteti a szénhidrátok, lipidek, zsír- és vízoldható vitaminok, adalékanyagok, színezékek, aminosavak és peptidek, valamint mikotoxinok és egyéb idegen anyagok meghatározásának eshetőségeit ezzel a technikával. Az élelmiszeranalitikai gyakorlatban az adszorpciós elven elválasztó szilikagél oszlopok és a vegyületek különböző lipofilitását elválasztási célra használó fordított fázisú oszlopok a leginkább elterjedtek. Az ultraibolya és a látható tartományban működő spektrofotometriás detektor alkalmazása a leggyakoribb.

APPLICATION OF HIGH PERFORMANCE LIQUID CHROMATOGRAPHY IN FOOD ANALYSIS

Cserhádi, T.

The application of HPLC in food analysis and its problems are reviewed. The possibilities of the determination of carbohydrates, lipids, fats-soluble and water-soluble vitamins, additives, food colourants, amino acids and peptides, mycotoxins and other foreign substances with this technique are discussed in detail. Silica gel columns separating on the principle of adsorption and reverse phase column using the different lipophilicity of compounds in separation are wide-spread in food analytical practice. The use of UV/VIS spectrophotometric detector is the most frequent.

ПРИМЕНЕНИЕ ВЫСОКОЭФФЕКТИВНОЙ ЖИДКОСТНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ В АНАЛИТИКЕ ПИЩЕВЫХ ПРОДУКТОВ

Т. Черхати

В статье автор дает обзор о применении высокоэффективной жидкостной хроматографии в аналитике пищевых продуктов а также о возникающих при этом проблемах. Автор подробно знакомит с возможностями применения этого метода для определения углеводов, пищевых красителей, аминокислот и пептидов, а также микотоксинов и некоторых других посторонних примесей. В практике аналитики пищевых продуктов наиболее распространены основанные на принципе адсорбции колонки с силикагелем и обратно-фазовые колонки. Наиболее часто применяется также спектрофотометрический детектор, работающий в видимой и ультрафиолетовой части спектра.

ANWENDUNG DER HOCHLEISTUNGSFLÜSSIGKEITS-CHROMATOGRAPHIE IN DER LEBENSMITTELANALYTIK

Cserháti, T.

Die Publikation liefert einen Überblick über die lebensmittelanalytische Anwendung der Hochleistungs-Flüssigkeitschromatographie und über ihre Besonderheiten. Es werden die Möglichkeiten der Bestimmung von Kohlenhydraten, Lipiden, fett- und wasserlöslichen Vitaminen, Zusatz- und Farbstoffen, Aminosäuren und Peptiden sowie Mykotozinen und sonstigen Fremdstoffen mit dieser Technik erläutert. In der lebensmittelanalytischen Praxis sind die auf der Grundlage des Adsorptionsprinzips trennenden Silica-säulen und die Umkehrphasensäulen, die die verschiedene Lipophilität der Verbindungen zum Zwecke der Trennung nutzen, am meisten verbreitet. Der im ultravioletten und sichtbaren Bereich arbeitende spektrometrische Detektor wird am häufigsten angewandt.

KÜLFÖLDI LAPSZEMLE

Szerkeszti: Molnár Pál

SIETZ, W.: *Élelmiszerek reológiai vizsgálata imitáló módszerekkel* (Rheologische Prüfung von Lebensmitteln mit imitierenden Meßmethoden)

Int. J. of Food Technol. and Food Proc. Eng. 39 (1988) 2, 121 - 126.

Reológiai élelmiszertulajdonságok gyakorlati meghatározásához jól alkalmazhatók az ún. imitáló módszerek. Ezeknél a fluid-mechanikus változások pontos meghatározása nélkül végzik a forgatónyomaték mérését különböző módon igénybevett mintákon. A fizikai alapok általában nem vagy csak nehezen definiálhatók. A mérési jelek (pl. hőmérséklet vagy idő) összevetésével különböző reológiai viselkedési módok határozhatók meg és hasonlíthatók össze a „standardokkal”. Az első alkalmazási terület a liszt- és tészta vizsgálatokra irányult. A farinográf mérési elvét alkalmazva a következő élelmiszerminták reológiai vizsgálatát végezték el:

- Aprított hús vízfelvevő képessége a viszkozitás mérésével kvantitatív meghatározható.
- Az érzékenyebb mérési tartományú és sokoldalúan temperálható farinográf jól alkalmazható termoreográfként zsírok, zsírkeverékek, csokoládémasszák, nugátok és hasonló anyagok kristályosodó képességének és a feldolgozási tulajdonságok vizsgálatára.
- Halak vágásos és szétnyomásos igénybevételének szimulálására igen, de a rágás közbeni őrlési folyamatok mérésére nem alkalmas a farinográf.

A viszkográf egy rotációs viszkoziméter, mellyel keményítő és keményítőtartalmú termékek, valamint gyümölcspulpok reológiai viselkedése jól vizsgálható.

Molnár P. (Budapest)