
Analytik von Rückständen pharmakologisch wirksamer Stoffe

Herausgeber:
Fachgruppe „Lebensmittelchemie und gerichtliche Chemie“
in der GDCh

PAEDAGOGISCHE HOCHSCHULE
ST. GALLEN
BIBLIOTHEK

BEHR'S...VERLAG

INHALTSÜBERSICHT

| | Seite |
|---|-------|
| Verzeichnis der Autoren | 8 |
| Vorwort | 9 |
| RÜCKSTÄNDE PHARMAKOLOGISCH WIRKSAMER STOFFE IN LEBENSMITTELN | |
| - Wirkstoffe, Befunde, Rechtslage | |
| 1 Allgemeines | 11 |
| 2 Rückstände pharmakologisch wirksamer Stoffe in Lebensmitteln | 12 |
| 2.1 Antibiotika, Chemotherapeutika | 14 |
| 2.2 Anabolika | 15 |
| 2.3 Beruhigungsmittel | 15 |
| 2.4 Kokzidiostatika | 17 |
| 2.5 Thyreostatika | 19 |
| 2.6 Akarizide | 19 |
| 2.7 Sonstige Wirkstoffgruppen | 20 |
| 3 Rückstandsbefunde | 21 |
| 4 Rechtsbereiche als Grundlage zur Beurteilung | 25 |
| 4.1 Lebensmittelrecht | 25 |
| 4.2 Arzneimittelrecht | 30 |
| 4.3 Futtermittelrecht | 31 |
| 4.4 Fleischbeschaurecht | 31 |
| Literatur | |
| Zitierte Rechtsvorschriften | 33 |

EXTRAKTION VON WIRKSTOFFRÜCKSTÄNDEN UND REINIGUNG VON ROHEXTRAKTEN

| | | |
|---|--|----|
| 1 | Vorbemerkung | 34 |
| 2 | Probenvorbereitung | 34 |
| 3 | Wahl des Lösungsmittels | 36 |
| 4 | Einfluß von pH-Wert, Licht, Temperatur, Geräteoberflächen | 43 |
| 5 | Reinigung von Rohextrakten (Clean-up) | 49 |
| | Literatur | 57 |

VORTEILE UND GRENZEN DER ANWENDBARKEIT VON IMMUNOASSAYS
IN DER RÜCKSTANDSANALYTIK PHARMAKOLOGISCH WIRKSAMER STOFFE

| | | |
|----|--|----|
| 1 | Einleitung | 61 |
| 2 | Häufigste Meßprinzipien | 61 |
| 3 | Faktoren, welche die Nachweisgrenze beein- flussen - Antikörper-Affinität, spezifische Aktivität der "Label" | 62 |
| 4 | Probleme der Spezifität und Störanfälligkeit | 63 |
| 5 | Stabilität und Verfügbarkeit der Reagentien | 64 |
| 6 | Sind monoklonale Antikörper überlegen? | 66 |
| 7 | Qualitätssicherung | 67 |
| 8 | Immunoassays als qualitative/quantitative Methoden? für Screening/zur Absicherung? als Routine- oder Referenzmethoden? | 69 |
| 9 | Derzeitige Rolle der Immunoassays in der amt- lichen Überwachung - national, in der EG, international | 70 |
| 10 | Trends | 70 |
| | Literatur | 71 |

INHALTSÜBERSICHT

Seite

ELEKTROCHEMISCHE DETEKTION (UND UV-DETEKTION)
IN DER HPLC FÜR DEN ARZNEISTOFF-NACHWEIS

| | | |
|----|---|----|
| 1 | Meßprinzip | 76 |
| 2 | Der elektrochemische Detektor | 76 |
| 3 | Das Voltammogramm mit dem Diffusionsgrenzstrom | 77 |
| 4 | Selektivität in der elektrochemischen Detektion | 80 |
| 5 | Die Arbeits-Elektrode | 80 |
| 6 | Vergleich der elektrochemischen Detektion mit der UV-Detektion und die Kombination beider Detektionsarten | 80 |
| 7 | Molekül-Voraussetzungen für die elektro- chemische Umsetzung | 83 |
| 8 | Sauerstoff-Minimierung im Eluenten für den reduktiven Modus | 85 |
| 9 | Sauerstoff-Minimierung im organischen Eluenten und unter Gradienten-Bedingungen | 86 |
| 10 | Identitäts-Prüfung mittels internem Standard | 88 |
| 11 | Allgemeine Angaben für Absorptions-Detektoren | 90 |
| | Literatur | 91 |

ANWENDUNG DER FLUORESZENZDETEKTION BEI HPLC-ANALYSEN:
PRINZIPIEN; VOR- UND NACHSÄULENDERIVATISIERUNG VON PHARMAKA

| | | |
|-----|--|-----|
| 1 | Allgemeines | 93 |
| 2 | Applikationen in der Rückstandsanalytik von Tierarzneimitteln | 107 |
| 2.1 | Wirkstoffe mit nativer Fluoreszenz | 107 |

| | |
|-------------------------------------|-----|
| 2.2 Derivatisierung von Wirkstoffen | 112 |
|-------------------------------------|-----|

| | |
|----------------------|-----|
| 2.3 Ionenpaartechnik | 117 |
|----------------------|-----|

| | |
|-----------|-----|
| Literatur | 118 |
|-----------|-----|

DIODENARRAY-DETEKTOREN IN DER HPLC (SIMULTANE DETEKTION VERSCHIEDENER WELLENLÄNGEN, UV-SPEKTREN); ECD UND NFID IN DER GC (SPEZIFITÄT, DERIVATISIERUNG)

| | |
|---|-----|
| 1 Einsatz des Diodenarray-Detektors in der HPLC | 123 |
|---|-----|

| | |
|--|-----|
| 1.1 Simultane Detektion bei verschiedenen Wellenlängen | 123 |
|--|-----|

| | |
|------------------------------------|-----|
| 1.2 Absicherungen über UV-Spektren | 128 |
|------------------------------------|-----|

| | |
|--------------------------------|-----|
| 2 Kapillar-GC mit ECD und NFID | 138 |
|--------------------------------|-----|

| | |
|--------------------------------------|-----|
| 2.1 Wahl des Derivatisierungsmittels | 142 |
|--------------------------------------|-----|

| | |
|--|-----|
| 2.2 Bildung eines einzigen definierten Derivates | 142 |
|--|-----|

| | |
|-----------------------|-----|
| 2.3 Interne Standards | 149 |
|-----------------------|-----|

| | |
|--|-----|
| 2.4 Reproduzierbarkeit von Derivatisierungen | 150 |
|--|-----|

| | |
|----------------|-----|
| 2.5 Spezifität | 153 |
|----------------|-----|

| | |
|-------------------------------|-----|
| 2.6 Apparative Besonderheiten | 155 |
|-------------------------------|-----|

| | |
|---|-----|
| 2.7 Allgemeines zur Messung von Derivaten | 156 |
|---|-----|

| | |
|-------------------|-----|
| 3 Zusammenfassung | 157 |
|-------------------|-----|

| | |
|-----------|-----|
| Literatur | 157 |
|-----------|-----|

MÖGLICHKEITEN UND GRENZEN DER MASSENSPEKTROMETRIE ALS QUANTIFIZIERUNGS- UND ABSICHERUNGSVERFAHREN

| | |
|--------------|-----|
| 1 Einleitung | 159 |
|--------------|-----|

| | |
|--|-----|
| 2 Massenspektrometrische Aufnahmetechniken | 161 |
|--|-----|

| | |
|---|-----|
| 2.1 Registrierung des Totalionenstromes durch kontinuierlichen Massenscan | 161 |
|---|-----|

| INHALTSÜBERSICHT | Seite |
|-----------------------------------|-------|
| 2.2 Selected ion monitoring (SIM) | 161 |
| 3 Methoden der Ionenerzeugung | 163 |
| 3.1 Elektronenstoßionisation | 163 |
| 3.2 Chemische Ionisation | 164 |
| 4 Analytik einzelner Stoffe | 166 |
| 4.1 Anabolica | 166 |
| 4.2 Nicarbazin | 174 |
| 4.3 Chloramphenicol | 176 |
| 4.4 Sulfonamide | 179 |
| 4.5 Fasciolicide | 183 |
| 5 Zusammenfassung | 183 |
| Literatur | 185 |

STATISTISCHE AUSWERTUNG VON ANALYSENERGEBNISSEN; EIN WICHTIGES HILFSMITTEL ZUR BEURTEILUNG ANALYTISCHER VERFAHREN UND EINZELERGEBNISSE

| | |
|--|-----|
| 1 Einleitung | 188 |
| 2 Kriterien zur Beurteilung von Analysenmethoden | 189 |
| 3 Nachweisgrenze | 190 |
| 4 Entscheidungsgrenze | 192 |
| 5 Quantifizierungsgrenze | 193 |
| 6 Beziehungen zwischen Toleranzwerten und analytischen Grenzwerten | 197 |
| 7 Ermittlung der Nachweisgrenze, Entscheidungsgrenze und Bestimmungsgrenze | 198 |
| Sachwortverzeichnis | 201 |

Verzeichnis der Autoren

| | |
|-----------------------------|--|
| Arnold, Dr. Dieter | Institut für Veterinärmedizin Robert von Ostertag Institut Bundesgesundheitsamt 1000 Berlin |
| Büning-Pfaue, Prof.Dr. Hans | Professur für Lebensmittelchemie Universität Bonn 5300 Bonn |
| Edelhäuser, Dr. Manfred | Chemische Landesunter- suchungsanstalt 7000 Stuttgart |
| Fürst, Dr. Peter | Chemisches Landesuntersuchungsamt 4400 Münster |
| Malisch, Dr. Rainer | Chemische Landesunter- suchungsanstalt 7600 Offenburg |
| Petz, Dr. Michael | Institut für Lebensmittelchemie Universität - Gesamthochschule 5600 Wuppertal |