

Zeitschrift: Mitteilungen aus dem Gebiete der Lebensmitteluntersuchung und Hygiene = Travaux de chimie alimentaire et d'hygiène

Herausgeber: Bundesamt für Gesundheit

Band: 81 (1990)

Heft: 1

Artikel: Wozu gekoppelte LC-GC? Diskussion einiger Anwendungsbeispiele = Why coupled LC-GC? Review of some applications

Autor: Grob, Konrad

DOI: <https://doi.org/10.5169/seals-982599>

Nutzungsbedingungen

Die ETH-Bibliothek ist die Anbieterin der digitalisierten Zeitschriften. Sie besitzt keine Urheberrechte an den Zeitschriften und ist nicht verantwortlich für deren Inhalte. Die Rechte liegen in der Regel bei den Herausgebern beziehungsweise den externen Rechteinhabern. [Siehe Rechtliche Hinweise.](#)

Conditions d'utilisation

L'ETH Library est le fournisseur des revues numérisées. Elle ne détient aucun droit d'auteur sur les revues et n'est pas responsable de leur contenu. En règle générale, les droits sont détenus par les éditeurs ou les détenteurs de droits externes. [Voir Informations légales.](#)

Terms of use

The ETH Library is the provider of the digitised journals. It does not own any copyrights to the journals and is not responsible for their content. The rights usually lie with the publishers or the external rights holders. [See Legal notice.](#)

Download PDF: 02.02.2025

ETH-Bibliothek Zürich, E-Periodica, <https://www.e-periodica.ch>

Konrad Grob, Kantonales Laboratorium, Zürich

Wozu gekoppelte LC-GC? Diskussion einiger Anwendungsbeispiele

Why Coupled LC-GC? Review of some Applications

Gekoppelte LC-GC

On-line-Kopplung von (HP)LC und GC ist neu und vielversprechend, muss sich aber zuerst in der Praxis bewähren. Ein gutes Dutzend entsprechende Geräte wurden bisher in Laboratorien zusammengebaut; das erste, voll automatisierte Gerät (Carlo Erba) steht kurz vor der Markteinführung.

Der Schlüssel zu gekoppelten LC-GC-Techniken ist die Abtrennung der grossen Menge LC-Eluent (typischerweise mehrere 100 μ l) von der eigentlichen Probe. Bisher geschah dies ausschliesslich über selektive Abdampfung im GC. Zwei grundlegend verschiedene Techniken werden nebeneinander eingesetzt: vollständig simultanes Lösungsmittelabdampfen (d. h. Abdampfen während des Transfers) für Proben mit GC-Elutionstemperaturen über etwa 120–150 °C sowie die Retention gap-Technik für Proben mit tiefer eluierenden Komponenten (1). Die beiden Methoden wurden verfeinert durch die Verwendung von hochsiedenden co-Lösungsmitteln und teilweise simultanem Lösungsmittelabdampfen. Die technischen Aspekte der LC-GC-Kopplung sind detailliert beschrieben in Ref. (2).

Mit der Retention gap-Technik können LC-Fractionen von bis zu etwa 0,8 ml in den GC überführt werden; bei der simultanen Lösungsmittelabdampfung liegt die Grenze bei mehreren Millilitern. Hingegen bestehen Einschränkungen bezüglich Reversed phase-Eluentien. Wasserhaltige Phasen verursachen Probleme, die zwar teilweise lösbar zu sein scheinen, wohl aber nur um den Preis einer komplizierteren Technik. Es bestehen jedoch noch keine Routinemethoden. Zu einem guten Teil liegt das auch am geringen Interesse an Reversed phase-LC für die LC-GC, wo die Voraussetzungen anders sind als bei der analytischen LC.

Gekoppelte LC-GC erfüllt die Erwartungen in den wenigen existierenden Pionierlaboratorien. Viele Argumente sprechen für diese Technik. Diese sollen anhand einiger konkreter LC-GC-Anwendungen dargestellt werden.

Effizientere Methodenentwicklung

Probenaufarbeitungsmethoden mittels LC sind relativ schnell entwickelt, dank schneller LC und on-line-Detektion, die uns sofort zeigt, wann und wie eine

Komponente eluiert wird. Die Trennbedingungen lassen sich entsprechend schnell und gut optimieren. Die Schnittstellen für die zu transferierende Fraktion sind leicht und genau bestimmbar – eine Voraussetzung für scharfe Abtrennung von anderem Probenmaterial.

Himbeerketon in einer Himbeersauce

In einer eigenartigen Himbeersauce galt es, den Hauptaromaträger der Himbeere quantitativ zu bestimmen. Eine einzige Probe lag vor; wir hatten keinerlei Erfahrung auf diesem Gebiet. Ein einfacher Etherextrakt ergab ein völlig unbrauchbares Gaschromatogramm. Also war eine Vortrennung nicht zu umgehen.

Mit der LC-Vortrennung waren wir schnell am Ziel. Die zweite versuchte Eluentenmischung erwies sich als brauchbar, und damit verfügten wir in wenig mehr als einer Stunde über einen hoch selektiven Aufarbeitungsschritt. Die Kopplung an den GC im nächsten Lauf ergab auch bereits das gesuchte Analysenresultat. Inklusive Bestimmung der Ausbeute über die Extraktion und die LC-Vorreinigung benötigten wir für die Analyse kaum mehr als einen halben Tag (3).

Warum on-line-Kopplung?

Probenaufarbeitung mittels off-line-LC wird verbreitet eingesetzt. Sie unterscheidet sich aber vom on-line-Transfer im Anteil der in den GC transferierten Substanz. Eine off-line-Übertragung bringt typischerweise 1–2 μl aus einer 0,5–1-ml-Fraktion (0,1–0,4 %) in the GC, nach eventuellem Einengen der Fraktion auf z. B. 100 μl noch immer nur gerade 1–2 % des in den LC gespritzten Materials. Derart unökonomische Übertragung vermindert die Empfindlichkeit der Analyse um einen Faktor 100–1000, es sei denn, die Verluste können durch eine grössere Einspritzmenge in den LC kompensiert werden. Für unsere Anwendung war aber die Empfindlichkeit bei vollständiger Übertragung nur gerade ausreichend, und eine Erhöhung der Menge eingespritzten Probenmaterials war kaum möglich, da die Belastung der LC-Säule durch den orange gefärbten Extrakt schon gross genug war.

Tiefere Nachweisgrenze

Die Nachweisgrenze in der Spurenanalytik ist meist gegeben durch ein nicht genauer definiertes Verhältnis der Peakgrößen der gesuchten Substanz und der in der Nähe eluierten Störsubstanzen: ein kleiner Peak in einem «vollen» Chromatogramm (z. B. MS-MID) wird nicht als zureichende Identifikation empfunden; damit co-Elution mit einer anderen Substanz unwahrscheinlich ist, soll die gesuchte Substanz einen prominenten Peak liefern. Die Einspritzmenge (gegeben durch das Einspritzvolumen und die Konzentration) wird so optimiert, dass die Störpeaks im Chromatogramm gut sichtbar, aber nicht überragend werden, was bedeutet, dass die erreichbare Nachweisgrenze letztlich von der Grösse der Stör-

matogramme nicht durch weitere Substanzen gestört werden dürfen, entwickelten *Berthou* und *Dreano* (7) eine LC-GC-Methode, womit auch bei Spurenanalysen praktisch nur noch die Dibenzothiophene im FPD erschienen.

Dicamba (Herbizid) in Tabak

Dicamba, ein Herbizid, wurde auf Tabak wegen der Vermutung gesucht, dass damit Tabakblätter geschönt (vergilbt) wurden. Eine «klassische» Aufarbeitung via Isolierung der Karbonsäuren und Reinigung an Kieselgel ergab nach Methylierung der Carboxylgruppe ungenügende Nachweisgrenzen und schlechte, unreproduzierbare Ausbeuten (5–40%). Bei der darauf entwickelten LC-GC-Methode (8) wurde Dicamba nach einfacher Extraktion methyliert und eingespritzt. Die Nachweisgrenze sank auf 10 ppb, und die Wiederfindungsrate betrug 75%, ohne dass die Abtrennung des Extraktes vom Tabak sauber optimiert wurde.

Hohe Trennleistung für die Vortrennung

Für die analytische Schlussstufe, GC oder LC, wird hohe Trennleistung gefordert. Selbstverständlich sollte dies auch für jede Vortrennung oder Reinigung gelten. «Selektive» Extraktion oder «Filtration» durch käufliche Fertigsäulen haben aber eine geringe Trennleistung, was noch durch den Umstand verschlimmert wird, dass die weiterverarbeitete Fraktion nur sehr ungenau geschnitten wird – da man nicht genau weiss, wann die interessierende Substanz eluiert wird, werden die Fenster sehr breit gewählt. Natürlich wird damit eine grosse Menge weiterer Störprodukte in die Probe eingeschlossen. LC bietet die beste Trennleistung, und durch on-line-Detektion kann die interessierende Fraktion genau geschnitten werden. Hohe Trennleistung kann in Form von hoher Reinigungskraft oder aber auch für die Vortrennung ähnlich chromatographierter Komponenten (z. B. Isomeren) eingesetzt werden.

Sie ist aber auch nötig, damit möglichst wenige Substanzen über benachbarte Fraktionen verschmiert werden. Beispiele für die hohe Reinigungskraft wurden oben beschrieben; unten sollen Beispiele folgen, wo die Vortrennung in Substanzgruppen im Vordergrund steht.

Zweidimensionale Analyse von Kohlenwasserstoffen in Dieselöl

Die Analyse von Kohlenwasserstoffen in Mineralölen und Fraktionen davon ist noch heute ein Problem, woran in vielen Laboratorien gearbeitet wird. Wegen der hohen Komplexität der Gemische können nur mehrdimensionale Trennungen mit höchster Trennleistung einigermaßen befriedigende Resultate liefern. Wegen hoher Probenzahlen wird zudem meist vollständige Automatisierung gefordert. *Davies* et al. (9) beschrieben eine LC-GC-Methode zur zweidimensiona-

peaks abhängt. Kann die Vorreinigung verbessert werden, so werden die Störpeaks kleiner. Als Folge davon kann mehr Probenmaterial (z. B. eine stärker eingeeengte Probe) eingespritzt werden und damit sinkt die Nachweisgrenze.

Diethylstilbestrol (DES) in Kälberharn

DES ist das wichtigste Hormon vom Stilbestroltyp, welches zur Beschleunigung des Kälberwachstums eingesetzt wurde. Wir analysierten die Stilbestrole in Kälberharn mit einer GC-MS(MID)-Methode, wobei die routinemässig erreichbare Nachweisgrenze bei 1–5 ppb lag. Eine LC-GC-Methode aus dem Jahr 1985 (4) (mit teilweise überholten Techniken) erreichte die gleiche Nachweisgrenze mit dem FID. Dies wurde möglich, da dank effizienterer Reinigung der Proben etwa 50mal mehr Probenmaterial eingespritzt werden konnte. Mittels ECD wurde eine Nachweisgrenze von etwa 0,1 ppb erreicht. Diese Verbesserung der Probenaufbereitung, welche kaum zusätzliche Arbeit bedeutete, konnte ausgenützt werden, entweder um die teure MS-Detektion zu ersetzen und/oder um die Nachweisgrenze um einen Faktor von etwa 50 zu senken.

Broxaterol in Plasma

Eine ziemlich alltägliche Vorgeschichte aus der pharmazeutischen Industrie. Bei den Abklärungen für die Zulassung von Broxaterol musste eine Nachweisgrenze in Plasma erreicht werden, welche mittels der bestehenden Methode verfehlt wurde (0,1 ng/ml). Diese bestehende Methode schloss bereits eine Isolierung der Basen mittels mehrfacher Flüssig/flüssig-Verteilung und Chromatographie an Kieselgel ein und war entsprechend aufwendig. Hinzufügen eines weiteren Reinigungsschrittes ist in solchen Fällen wenig versprechend. Deswegen wurde nach effizienteren Reinigungsmethoden gesucht. Mit einer an GC gekoppelten LC-Vortrennung konnte denn auch die Flüssig/flüssig-Verteilung und die Chromatographie an Kieselgel ersetzt werden (5). Dabei wurde eine Nachweisgrenze von 0,03 ng/ml erreicht und gleichzeitig der Arbeitsaufwand für die Probenreinigung drastisch gesenkt (bei der vorliegenden Anzahl Proben ein wichtiger Faktor). Kürzlich beschrieb die gleiche Gruppe eine LC-GC-Methode für einen anderen Wirkstoff (6).

Dibenzothiophene in der Umwelt

Dibenzothiophene stammen aus Erdölen und werden vielerorts wegen ihrer hohen Stabilität als Marker für Umweltverunreinigungen durch Mineralöle verwendet. Die methylierten Produkte zeigen zudem «Fingerprints», welche manchmal auf den Verschmutzer schliessen lassen (z. B. auf die havarierten Tanker «Amoco Cadiz» und «Gino»). Da aber solche an sich schon komplexe Gaschro-

len Trennung von Kohlenwasserstoffen, insbesondere polyzyklischer Aromaten, in Dieselöl, wobei LC diese Aromaten nach Anzahl Ringen vortrennte. *Duquet et al.* (10) trennten Benzin in eine Reihe von Fraktionen vor, wobei für die LC gepackte Kapillarsäulen verwendet wurden.

Analyse von Zitronenölen

Da Aromen und Parfums sehr oft durch jene Substanzen charakterisiert sind, welche in den Gaschromatogrammen unter den grossen Peaks verborgen bleiben, muss zweidimensional getrennt werden. LC kann Gemische in Substanzklassen, z. B. gesättigte und ungesättigte Kohlenwasserstoffe, Ester, Aldehyde und Alkohole, vortrennen, welche dann im Gaschromatogramm in Individuen aufgetrennt werden. *Munari et al.* (11) erarbeiteten eine on-line-LC-GC-Methode, welche Zitronenöle mittels Stufengradient in Substanzklassen auftrennte. Nach jedem Transfer wurde der LC angehalten, damit mehrere Fraktionen des Flüssigchromatogramms gaschromatographiert werden konnten. Wir benützten eine ähnliche Methode zum Nachweis von Bestrahlung fetthaltiger Lebensmittel (Poulets, Nüsse), wobei uns die Alkan-/Alken- und die Aldehydfraktion interessierten (12).

Einsparung manueller Arbeit

Vielerorts beansprucht die Probenaufarbeitung viel Zeit und Arbeitskräfte. Vielstufige manuelle Aufarbeitung gilt aber auch als Unsicherheitsfaktor — ein unerwartetes Analysenresultat führt fast immer dazu, dass die Analyse wiederholt werden muss. Automatisierung durch Roboter hat sich als aufwendig erwiesen; zudem lassen sich so nur die klassischen Techniken mit bescheidener Trennleistung automatisieren. Mit gekoppelter LC-GC kann jedoch eine Technik hoher Trennleistung relativ leicht automatisiert werden.

Sterine und andere Spurenkomponenten in Speiseölen und Fetten

Sterine, Sterinester, Fettalkohole, Wachsester und andere Spurenkomponenten sind reiche Informationsquellen über Speiseöle und Fette, da sich die Konzentrationen und Zusammensetzungen in verschiedenen Ölen und Fetten stärker unterscheiden als z. B. jene der Fettsäuren. Da je nach Art der Ölextraktion mehr oder weniger dieser Stoffe ins Öl übergehen und eine Raffination unterschiedliche Mengen solcher Substanzen entfernt, kann auch auf die Verarbeitung zurückgeschlossen werden, was insbesondere für die Unterscheidung verschiedener Qualitäten von Olivenölen interessant ist.

Ein auf Öle und Fette spezialisiertes Forschungsinstitut beschäftigt eine Abteilung von 6 Personen ausschliesslich mit der Sterinanalytik. Diese Gruppe bringt pro Jahr ca. 1500 Analysen zustande, d. h. kaum mehr als eine Analyse pro

Tag und Person. In der Tat ist die offizielle EG-Methode sehr aufwendig, schliesst sie doch eine Verseifung, eine schwierige Extraktion aus der Seifenlösung und eine präparative Dünnschichtchromatographie ein. Wir haben eine LC-GC-Methode entwickelt (13), welche alle diese Schritte umgeht und zugleich die Unterscheidung der freien und der veresterten Verbindungen zulässt (was wichtige Informationen über Extraktion und Verarbeitung liefert (14)). Die manuelle Arbeit für diese Methode dauert etwa 5 min pro Probe, und mit dem automatisierten LC-GC-Gerät liessen sich 35 Proben pro Tag analysieren. Bisher wurden ca. 400 Öle (Proben und Öle bekannter Herkunft) analysiert. Während dieser Zeit wurde eine schon zu Beginn alte LC-Säule ausgewechselt, sonst aber nichts verändert, nicht einmal die Retentionszeit für das Fraktionsfenster angepasst. Diese Methode ermöglichte uns, mit vernünftigen Aufwand die Grunddaten einer grossen Anzahl verschiedener Öle zu sammeln.

Genauigkeit und Verlässlichkeit der Analysenwerte

Für die obige Analyse der Spurenkomponenten in Speiseölen und Fetten wurde die Reproduzierbarkeit der Resultate (z. B. für freies Sitosterin) untersucht (15). Sowohl die vielfache Analyse der gleichen Probe über viele Wochen hinweg wie auch die 10mal wiederholte, von der rohen Probe ausgehende Analyse der gleichen Probe ergab relative Standardabweichungen von weniger als 1%. Derartige Resultate sind selbst bei direkter Einspritzung sauberer Standards in den GC nur dann erreichbar, wenn die on-column-Technik verwendet wird. Die klassische Aufarbeitung der Fette führt hingegen zu relativen Streuungen von über 10%.

Die sehr hohe Genauigkeit von LC-GC-Methoden ist eigentlich zu erwarten. Streuungen rühren fast immer von Verlusten her (z. B. unvollständige Extraktion, Abdampfverluste, Adsorption bei konventionellen Methoden), welche meist schlecht reproduzierbar sind. Bei LC-GC können solche Verluste jedoch nur in zwei Fällen auftreten: Wenn das Fenster der transferierten Fraktion zu klein ist oder falsch liegt (z. B. weil sich die Retentionszeit der interessierenden Fraktion verändert hat), oder weil Probenmaterial (z. B. durch Zersetzung) auf der LC-Säule verloren geht. Beide Probleme wurden wiederholt beobachtet, sind aber wegen der on-line-LC-Detektion leicht erkennbar und normalerweise schnell im Griff. Diese Transparenz der Methode wirkt sich in guter Verlässlichkeit aus. Der Transfer erfolgt mit on-column-Techniken, die für quantitative Analytik sowie für die Analyse labiler Substanzen problemloser sind als Einspritzung über klassisch verdampfende Injektoren.

On-line-Analytik ausserhalb des Labors

Vollständig automatisierte on-line-Analytik ist nicht auf Laborinfrastruktur angewiesen. Deswegen wird in einigen Laboratorien (z. B. in Holland (16)) an Techniken gearbeitet, welche ausserhalb des Laboratoriums, z. B. in einem Trink-

wasserwerk, möglich sind. Als Fernziel stellt man sich ein Analysengerät vor, das z. B. an die Zuleitung des Frischwassers zum Werk montiert ist und stündlich eine Probe auf Spurenkomponenten analysiert. Als Vorstufe dazu war die LC-GC-Methode zur Bestimmung von Atrazin in Trinkwasser erfolgversprechend (17): 10 ml Wasser wurden über eine Reversed phase-LC-Säule extrahiert. Der Extrakt wurde mit Methanol/Wasser in den GC überführt, wobei die Nachweisgrenze bei ca. 5 ppt lag.

Schlussfolgerungen

Gekoppelte LC-GC ist jung, und die wohl offensichtlichsten und meist versprechenden Anwendungen wurden kaum oder noch gar nicht berührt, so z. B. die Analyse von Pestiziden, Tierarzneimitteln, Mycotoxinen oder Dioxinen im Bereich der Lebensmittelanalytik.

Die bisher kritischste Stelle der Technik lag im richtigen Schnitt der zu transferierenden Fraktion. Wird mit absoluten Retentionszeiten geschnitten, wird eine hohe Stabilität der LC-Retention vorausgesetzt, was jeweils durch strikt zyklische Arbeitsweise mit Rückspülung erreicht wurde (ein Argument für automatisierte LC-GC). In Zukunft werden aber auch Detektoren eingesetzt, welche die Retentionszeiten an jene von internen Standards angleichen.

Aus unserer Erfahrung hat die gekoppelte LC-GC überall dort ein grosses Potential in der GC-Analytik, wo effiziente Vortrennung und intensive Vorreinigung (tiefe Nachweisgrenzen) gefragt sind. Auf der anderen Seite wird wieder einmal einfache Handarbeit durch eine anspruchsvollere Instrumentalanalytik ersetzt, was einen grossen Rationalisierungseffekt verspricht, aber auch nach Spezialisierung ruft.

Zusammenfassung

Automatisierbare, gekoppelte LC-GC ist eine vielversprechende Technik für die rationelle Analyse komplexer Proben. Anhand von ausgewählten Anwendungsbeispielen werden die Vorteile aufgezeigt: effiziente Methodenentwicklung, Verringerung der Handarbeit für die Probenaufbereitung, tiefere Nachweisgrenzen, Vortrennung mit hoher Trennleistung, genaue und zuverlässige quantitative Analyse und möglicherweise vollautomatische Analyse ausserhalb des Labors.

Résumé

La technique LC-GC couplées, pouvant être automatisée, se révèle très prometteuse pour l'analyse rationnelle d'échantillons complexes. Les avantages qu'elle présente sont discutés sur la base d'applications choisies: développement efficient de méthodes, diminution des manipulations pour la préparation des échantillons, abaissement des limites de détection, préséparation très performante, analyse quantitative précise et fiable et éventuellement analyse automatique hors du laboratoire.

Summary

Coupled LC-GC is a promising technique for the efficient analysis of complex samples. Advantages of the technique are discussed for some selected applications: efficient method development, reduced manual preparation of the sample, lowered detection limits, pre-separation at high efficiency, accurate and reliable quantitative analysis, and possibly automated analysis outside the laboratory.

Literatur

1. Grob, K.: On-Line gekoppelte LC-GC und ihre Anwendung für die Analytik von Sterinen in Speiseölen und Fetten. *Mitt. Gebiete Lebensm. Hyg.* **80**, 30–41 (1989).
2. Grob, K.: On-line coupled LC-GC. Hüthig Verlag, Heidelberg 1990.
3. Grob, K. and Stoll, J.-M.: Loop-type interface for concurrent solvent evaporation in coupled HPLC-GC. Analysis of raspberry ketone in a raspberry sauce as an example. *HRC & CC* **9**, 518–522 (1986).
4. Grob, K., Neukom, H. P. and Etter, R.: Coupled HPLC-capillary GC as a replacement for GC-MS in the determination of diethylstilbestrol in bovine urine. *J. Chromatogr.* **357**, 416–422 (1986).
5. Gianesello, V., Bolzani, L., Brenn, E. and Gazzaniga, A.: Determination of broxaterol in plasma by coupled HPLC-GC. *HRC & CC* **11**, 99–102 (1988).
6. Gianesello, V., Brenn, E., Figini, G. and Gazzaniga, A.: Determination by coupled HPLC-GC of the β -blocker levomoprolol in plasma following ophthalmic administration. *J. Chromatogr.* **473**, 343–352 (1989).
7. Berthou, F. and Dreano, Y.: Determination of methylated dibenzothiophenes in environmental samples by coupled on-line HPLC-GC. *HRC & CC* **11**, 706–712 (1988).
8. Häkkinen, V., Grob, K. and Bürgi, Ch.: Determination of dicamba in tobacco by coupled LC-GC. *J. Chromatogr.* **473**, 353–358 (1989).
9. Davies, I. L., Bartle, K. D., Williams, P. T. and Andrews, G. E.: On-line fractionation and identification of diesel fuel polycyclic aromatic compounds by two-dimensional micro-bore HPLC/Capillary GC. *Anal. Chem.* **60**, 204–209 (1988).
10. Duquet, D., Dewaele, C. and Verzele, M.: Coupling micro-LC and capillary GC as a powerful tool for the analysis of complex mixtures. *HRC & CC* **11**, 252–256 (1988).
11. Munari, F., Dugo, G. and Cotroneo, A.: Automated on-line HPLC-HRGC with gradient elution and multiple GC transfer applied to the characterization of citrus essential oils. *Proc. 10th Int. Symp. on Capillary Chromatography, Riva del Garda*, p. 736–747, 1989, P. Sandra (ed.). Hüthig, Heidelberg.
12. Biedermann, M., Grob, K. and Meier, W.: Partially concurrent eluent evaporation with an early vapor exit; Detection of food irradiation through coupled LC-GC analysis of the fat. *HRC* **12**, 591–598 (1989).
13. Grob, K., Lanfranchi, M. and Mariani, C.: Analysis of free and esterified sterols as well as of wax esters in oils and fats by coupled LC-GC. *J. Chromatogr.* **471**, 397–405 (1989).
14. Grob, K., Lanfranchi, M. and Mariani, C.: Evaluation of olive oils through the fatty alcohols, the sterols and their esters by coupled LC-GC (in press).
15. Grob, K. and Lanfranchi, M.: Quantitative results by LC-GC of sterols and wax esters. *HRC* **12**, 624–626 (1989).

16. *Noroozian, E., Maris, F. A., Nielen, M. W. F., Frei, R. W., de Jong, G. J. and Brinkman, U. A. Th.*: LC trace enrichment with on-line capillary GC for the determination of organic pollutants in aqueous samples. *HRC & CC* **10**, 17–24 (1987).
17. *Grob, K. and Li, Z.*: Determination of atrazine in water by coupled reversed-phase LC-Capillary GC. *J. Chromatogr.* **473**, 423–430 (1989).

Dr. Konrad Grob
Kantonales Laboratorium
Postfach
CH-8030 Zürich