

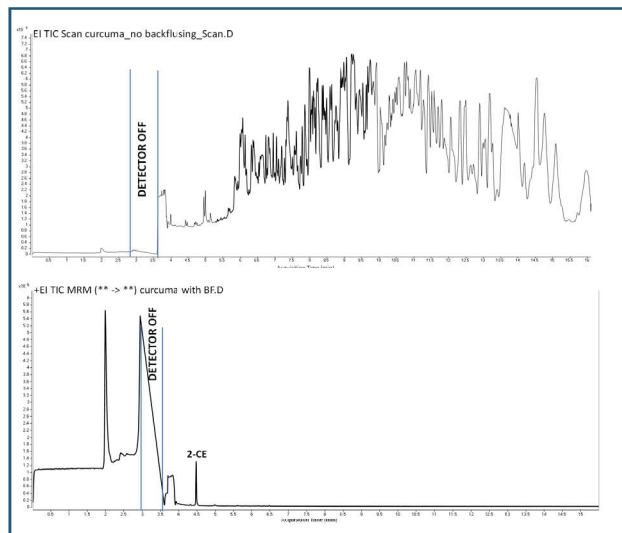


Chromatographisches Profil des im Scan-Modus ohne Rückspülung analysierten Kurkuma-Extrakts (obere Spur) und des mit Rückspülung analysierten Kurkuma-Extrakts (untere Spur). Quelle: Tatiana Cucu / RIC Technologies

entwickelten Methode zur Quantifizierung von EO und seines Hauptmetaboliten 2-CE in Lebensmitteln, namentlich in Sesam und Kurkuma, erstellt. Verwendet wurde ein spezieller Aufbau basierend auf einem Agilent 8890 GC, einem Agilent 7010 Triple Quadrupol MS und einem GERSTEL-MultiPurpose Sampler (MPS), dieser wiederum ausgestattet mit der Option „Automated Liner Exchange“ (GERSTEL-ALEX), um Ausfallzeiten durch matrixbedingte Verschmutzungen von Probenaufgabesystem, Trennsäule und Ionenquelle (MSD) gering zu halten. Zusätzlich wurde die analytische Säule durch die Integration einer Vorsäulen-Rückspüloption geschützt, was zu einer erhöhten Robustheit (längere Lebensdauer der Säule) und hohen Produktivität (Ausfall-/Wartungszeiten gering) führte.

Blick auf analytische Details

Methodenentwicklung erfolgte mit Standardlösungen von EO und 2-CE, die Validierung unter Einsatz realer dotierter Proben, die mechanisch homogenisiert wurden. Zur Quanti-



fizierung wurden deuterierte Analoga (EO-D4 und 2-CE-D4) als interne Standards verwendet. Die QuEChERS-Extraktion wurde gemäß DIN EN 15662 manuell durchgeführt. Um die chromatographische Stabilität zu demonstrieren, wurden Extrakte aus Sesamsamen und Kurkuma in Konzentrationen von 10, 40 und 100 ng/mL mit EO und 2-CE versetzt und wiederholt nacheinander aus demselben Fläschchen auf denselben Liner injiziert. Zu beobachten war eine geringe Abnahme der absoluten Fläche von EO in Sesam- und ins-

Das ganze Potenzial der Ethylenoxid-Analytik ausschöpfen

RIC Technologies hat eine Methode zur Bestimmung von Ethylenoxid (EO) in Sesamsamen vorgelegt, die sich an der EU-Referenzlabormethode [1] orientiert. Die Nachfrage nach einer entsprechenden Analytik hat in den zurückliegenden zwei Jahren offenbar zugenommen, nicht zuletzt deuten die zahlreichen Meldungen des Europäischen Schnellwarnsystems für Lebens- und Futtermittel (RASFF) in diese Richtung. Im Gespräch mit Dr. Oliver Lerch, Applikationsexperte und Head of Automated Sample Preparation bei GERSTEL, geht GERSTEL Aktuell der Frage nach dem Spektrum der Möglichkeiten nach, die Bestimmung von Ethylenoxid zu automatisieren.



GERSTEL Aktuell: Sehr geehrter Herr Dr. Lerch, Tatiana Cucu von RIC Technologies beschreibt in ihrer Arbeit zum Nachweis von Ethylenoxid in Sesamsamen und Kurkuma u. a. den Einsatz eines Automated Liner Exchange (GERSTEL-ALEX). Was aufgrund der in aller Regel matrixhaltigen QuEChERS-Extrakte vonnöten ist. Wie schätzen Sie die von Frau Cucu vorgestellte Methode ein?

Dr. Oliver Lerch: Sie ist sehr gut geeignet, das Analysenziel zu erreichen, sprich Ethylenoxid (EO) in Lebensmitteln sicher und zuverlässig zu bestimmen. Was sicher auch dem Sachverhalt geschuldet ist, dass sich Tatiana Cucu an der Methode des renommierten EU-Referenzlabors für Pestizidrückstände (Methoden für Einzelrückstände) am CVUA Stuttgart orientiert hat.

GERSTEL Aktuell: Welche technischen Einzelheiten sind hervorzuheben?

Dr. Oliver Lerch: Die Integration einer Säulenrückspülung ist ohne Frage wertvoll, um das GC/MS-System nicht mit stören-

den Hochsiedern zu überlasten. Das GERSTEL-ALEX-System wiederum verhindert einen Einbruch der Leistungsfähigkeit des Analysensystems aufgrund verschmutzter Liner. Das entlastet nicht zuletzt auch das Laborpersonal.

GERSTEL Aktuell: Was meinen Sie damit konkret?

Dr. Oliver Lerch: Kommt der MPS mit der ALEX-Option zum Einsatz, lassen sich Intervalle programmieren, nach denen der Liner automatisch gewechselt wird. Dafür braucht kein Labormitarbeiter, keine Labormitarbeiterin Sorge zu tragen oder überhaupt anwesend zu sein. Es kann sehr entlastend wirken bei den vielen Aufgaben im Labor, die tagtäglich anstehen, wenn ein Gerät 24/7 laufen kann und mögliche Leistungseinbußen vom System selbst kompensiert werden. Mehr noch: die „Sequence by Barcode“-Option kann dem Personal sogar die manuelle Erstellung der Analysensequenz abnehmen, die mithilfe von Barcodes und Daten aus dem LIMS automatisch erfolgt. Das ist aber eine andere Geschichte.



besondere Kurkuma-Extrakt, was sich durch das Verdunsten von EO aus dem Fläschchen erklären lässt, das mehrmals, bei Raumtemperatur gelagert, von der Injektionsnadel des MPS durchstochen wurde. Dessen ungeachtet betrug die Wiederholbarkeit der Wiederfindung 5 bis 6 %, was darauf hindeutet, dass der Verlust unter Verwendung des deutierten internen Standards korrigiert wird.

Anders als erwartet trat ein gewisser Verlust von 2-CE auf, das im Vergleich zu EO wenig flüchtig ist. Der Unterschied in den absoluten Flächen zwischen der ersten und fünften Injektion von etwa 40 % wird eindeutig durch aktive Stellen im Injektionsliner verursacht. Zusätzlich wurde eine gewisse Verzerrung der Peaks nach der Injektion von besonders matrixbeladenen Extrakten wie im Fall von Kurkuma beobachtet. Beleg dafür, dass die Injektion relativ schmutziger QuEChERS-Extrakte die Analyse von 2-CE beeinflusst. Die Implementierung der Option Automated Liner Exchange (ALEX) in die Analyse von EO und 2-CE ist daher ratsam. Unter Verwendung dieser Option wurden die

Liner spätestens nach 20 Injektionen (benutzerdefiniertes Zeitereignis) ausgetauscht, um sicherzustellen, dass die Akkumulation nichtflüchtigen Materials aus den Extrakten im Liner begrenzt und die Genauigkeit der Methode nicht beeinträchtigt ist. Die Integration der Vorsäulen-Rückspül-Option verhinderte nachweislich, dass große Mengen hochsiedender Verbindungen die analytische Säule erreichten. Die MS-Quelle wurde unter Einsatz der Rückspül-Option nur geringfügig kontaminiert. Es zeigte sich, wurde unmittelbar nach der Übertragung der Zielanalyten auf die analytische Säule mit der Rückspülung begonnen, hatte die Probe keinen oder nur geringen Einfluss auf die analytische Säule. Das heißt, die analytische Säule ist länger uneingeschränkt brauchbar und die MS-Quelle vor Verschmutzung geschützt.

Erfolgreiche Ethylenoxid-Analytik

Die hier beschriebene Methode zur Bestimmung von Ethylenoxid und 2-Chlorethanol wurde validiert, indem

GERSTEL Aktuell: Sehen Sie weiteres Automatisierungspotenzial?

Dr. Oliver Lerch: Bei der QuEChERS-Extraktion ist das so eine Sache. Die QuEChERS-Rohextrakte wiederum lassen sich automatisiert aufreinigen. Diesen Probenvorbereitungsschritt haben wir in der Vergangenheit bereits in zahllosen Applikationsbeispielen für unsere Kundinnen und Kunden erfolgreich automatisiert beziehungsweise auf den MPS übertragen.

GERSTEL Aktuell: Sehen Sie andere Möglichkeiten der Orientierung bei der Wahl der Analysenmethode?

Dr. Oliver Lerch: Bei der Ausgestaltung einer Analysenlösung kommt es immer auch, wenn nicht sogar zuallererst, auf die Anforderungen des Auftraggebers, der Auftraggeberin an. Als Gerätehersteller liefern wir unseren Kundinnen und Kunden Hard- und Software und wir beraten sie kompetent. Bei der Umsetzung der applikativen Details aber richten wir uns insbesondere nach deren Wünschen und Vorstellungen.

GERSTEL Aktuell: Haben Sie ein konkretes Beispiel vor Augen, anhand dessen Sie mögliche Unterschiede oder Variationen hervorheben können?

Dr. Oliver Lerch: Durchaus. Ein namhaftes, führendes Auftragslabor für Lebensmittelanalytik etwa wollte Ethylenoxid und 2-Chlorethanol in Anlehnung an das Lebensmittel- und Futtermittelgesetz (§ 64 LFGB L53.00-1) analysieren.

GERSTEL Aktuell: Was macht den Unterschied zur EU-Referenzmethode aus?

Dr. Oliver Lerch: Der zentrale Unterschied liegt darin, dass hier keine QuEChERS-Extraktion durchgeführt wird.

GERSTEL Aktuell: Worauf fußt die Probenvorbereitung?

Dr. Oliver Lerch: Insbesondere Schritte der Flüssig-Flüssig-Probenvorbereitung, einschließlich der Derivatisierung des EO, die sich allerdings, das macht den Unterschied, allesamt einfach und vollständig automatisieren, sprich auf den GERSTEL-MPS übertragen lassen.

GERSTEL Aktuell: Wie steht es um die Qualität der Analyse? Sind die damit erzielten Resultate mit denen der EU-Referenzmethode vergleichbar?

Dr. Oliver Lerch: Beide Methoden haben sich in der Praxis bewährt.

GERSTEL Aktuell: Welche würden Sie empfehlen?

Dr. Oliver Lerch: Es liegt nicht an uns, Methoden oder Verfahren zu empfehlen, sondern auf die Anforderungen unserer Kundinnen und Kunden zu reagieren und ihnen eine Analysenlösung anzubieten, die ihnen den größten Mehrwert bietet. Dass wir dazu in der Lage sind, haben wir hinreichend oft belegt, und zwar in vielen unterschiedlichen Applikationsbeispielen. Auch in puncto Ethylenoxid-Bestimmung. Apropos: Für Anwenderinnen und Anwender, die vor dieser Aufgabe stehen – ein Gespräch mit uns ist in jedem Fall interessant und lohnenswert.

GERSTEL Aktuell:

Sehr geehrter Herr Dr. Lerch, vielen Dank für das Gespräch.

REFERENZ

[1] EURL-SRM – Analytical Observations Report. Analysis of Ethylene Oxide and its Metabolite 2-Chloroethanol by the QuOil or the QuEChERS Method and GC-MS/MS, Version 1.1, Dezember 2020