



GERSTEL feiert das 50. Firmenjubiläum

Umweltanalytik

**Schadstoffe
in Sedimenten**

Metabolomics

**Klima beeinflusst
den Geschmack**

Lebensmittelanalytik

**3-MCPD, 2-MCPD und
Glycidyl-Fettsäureester**

GERSTEL überzeugt in puncto Probenvorbereitung



Das Jahr 2017 stand für uns ganz im Zeichen des 50-jährigen Bestehens unseres Unternehmens. Von überall her erreichten uns Glückwünsche. Kunden, Partner, Wegbegleiter und Freunde aus aller Welt teilen mit uns die große Freude, die einem solchen Jubiläum innewohnt. Die überwältigende Bekundung von Sympathie und Verbundenheit hat uns tief berührt.

Den großen Zuspruch, den wir erfahren haben, führt uns wieder einmal aufs Neue vor Augen: Ein wichtiger Bestandteil des Fundaments unseres Erfolges bilden die konstruktive, fruchtbare Zusammenarbeit und das beherzte Zusammenwirken mit Ihnen – den Kunden, Partnern und Freunden unseres Unternehmens.

Ein Resultat der guten Zusammenarbeit sind unter anderem die Applikationen, über die wir in dieser 53. Ausgabe der GERSTEL Aktuell berichten. Das Inhaltsverzeichnis auf Seite 3 bietet Ihnen einen kurzen Überblick über die Themen im Heft. Wir hoffen, unsere Auswahl findet Ihr Wohlgefallen.

Apropos: Ab Seite 21 lesen Sie, was wir uns haben einfallen lassen, um unser 50. Firmenjubiläum gebührend zu feiern.

Ein weiterer guter Grund sich zu freuen, hängt mit der „LaborPraxis“ zusammen. Die vom Vogel Verlag in Würzburg verlegte Laborfachzeitschrift hat ihr erst jüngst begangenes 40. Jubiläum zum Anlass genommen, einige herausragende Technologien der Branche in einer „Meilenstein-Serie“ vorzustellen und mit „Meilenstein-Awards“ zu prämiieren.

Ganz nach dem Motto „Labor- und Analysentechnik – gestern, heute und morgen“ beleuchtet „LaborPraxis“, wie diese Meilensteine das heutige Labor geprägt haben und was in den kommenden Jahren noch zu erwarten ist. Zu unserer großen Freude wurde GERSTEL der Meilenstein-Award in der Kategorie „Probenvorbereitung“ zuerkannt.



Die Geschäftsleitung der GERSTEL GmbH & Co. KG
Eberhard G. Gerstel | Holger Gerstel | Ralf Bremer

In Empfang nahmen den Award (ein Foto davon sehen Sie unten rechts auf dieser Seite) der geschäftsführende Gesellschafter Holger Gerstel und Marketing-Manager Kaj Petersen auf der „LaborPraxis“-Jubiläumsgala am 30. November 2017 im Vogel Convention Center in Würzburg. Die Auszeichnung stimmt uns nicht nur glücklich, sondern motiviert uns ebenso, auch künftig stets das Beste zu geben und nimmermüde zu werden, mit Innovationen in puncto automatisierte Probenaufgabe und Probenvorbereitung aufzuwarten.

Vielen Dank für Ihre Verbundenheit und das Vertrauen, das Sie uns entgegenbringen. Ihnen und Ihren Lieben wünschen wir von ganzem Herzen ein von Glück, Gesundheit und Zufriedenheit erfülltes neues Jahr, in dem wir uns, so hoffen und wünschen wir, bereits in Kürze persönlich begegnen.

Gelegenheit dazu bietet die „analytica“ vom 10. bis 13. April 2018 in München, auf der GERSTEL wieder mit einem Stand (Halle A1/Stand 321) vertreten sein wird. Auf der „analytica 2018“ präsentieren wir Ihnen nicht nur aktuelle Produkt-Highlights. Dort steht Ihnen obendrein unser Expertenteam in allen analytischen Fragen insbesondere zum Thema automatisierte

Probenvorbereitung und Probenaufgabe kompetent Rede und Antwort. Sie finden uns auf dem Gelände der Messe München in Halle A1, Stand 321. Wir freuen uns auf Ihren Besuch.

Und nun wünschen wir Ihnen viel Vergnügen bei der Lektüre der 53. Ausgabe unserer GERSTEL Aktuell.



Holger Gerstel (l. mit Ehefrau Felicitas Gerstel) nahm mit GERSTEL-Marketingmanager Kaj Petersen (r.) den Meilenstein-Award der „LaborPraxis“ entgegen. Zu den ersten Gratulanten gehörte Ludwig Springauf (2. v. r.), ein Urgestein der „LaborPraxis“.



Die Geschäftsführung der GERSTEL GmbH & Co. KG



Der Arbeitskreis
„Separation Science“
der Fachgruppe
Analytische Chemie
der GDCh verleiht 2018
zum fünften Mal den



Eberhard-Gerstel-Preis

für eine herausragende wissenschaftliche
Arbeit auf dem Gebiet der analytischen Trenn-
techniken.

GERSTEL stiftet den alle zwei Jahre ausgelobten und mit 2.000 Euro dotierten Preis. Verliehen wird der Eberhard-Gerstel-Preis 2018 während der „analytica Conference“, die vom 10. bis 13. April 2018 in München stattfindet. Bewerber sollten Erst- oder Korrespondenzautor einer 2016/17 erschienenen bzw. akzeptierten Publikation in einer international anerkannten Fachzeitschrift mit Gutachtersystem sein. Entscheidende Auswahlkriterien für die Preisvergabe sind Originalität, wissenschaftliche, methodische oder gerätetechnische Bedeutung sowie die Selbstständigkeit der Arbeit. Kandidaten können sich selbst bewerben oder vorgeschlagen werden. Eine international besetzte Jury wählt den Preisträger. Bewerbungen oder Kandidatenvorschläge sollten elektronisch in Form eines einzigen PDFs bis **15. Februar 2018** eingereicht werden. Einzureichen sind eine Kopie der auszuzeichnenden Publikation, der Lebenslauf des Autors sowie eine Stellungnahme oder Empfehlung an: **Priv.-Doz. Dr. Katja Dettmer-Wilde, Universität Regensburg, Institut für Funktionelle Genomik, Am BioPark 9, 93053 Regensburg, E-Mail: katja.dettmer@ukr.de.**

MÜLHEIM WATER AWARD 2018

Natürliche oder juristische Personen, Personengruppen oder Institutionen aus ganz Europa können sich noch bis zum **28. Februar 2018** für den „Mülheim Water Award 2018“ bewerben. Ausgelobt wird der mit 10.000 Euro dotierte und vom IWW Zentrum Wasser koordinierte Preis von der Rheinisch-Westfälischen Wasserwerksgesellschaft und GERSTEL.

Mit dem Award ausgezeichnet werden Projekte zur praxisorientierten Forschung und Entwicklung sowie zur Implementierung innovativer Konzepte im Bereich der Trinkwasserversorgung und Wasseranalytik.

Das Thema der aktuellen Ausschreibung lautet „Innovationen für Wassersysteme und Wasseranalytik für eine nachhaltige Wasserwirtschaft und sichere Trinkwasserversorgung“.

Details über das Bewerbungsverfahren
finden Sie unter:
www.muelheim-water-award.com

Lesen Sie in dieser Ausgabe

GERSTEL feiert das 50. Firmenjubiläum



Im Oktober 2017 feierte GERSTEL das 50. Firmenjubiläum gemeinsam mit Mitarbeiterinnen und Mitarbeitern aus dem In- und Ausland sowie mit Gästen aus der Politik, Industrie, Wirtschaft und Wissenschaft. S. 21

Gefeiert wurde das Jubiläum nicht nur auf einer Gala in der Stadthalle in Mülheim an der Ruhr, sondern unter anderem auch im Zuge eines zweitägigen Anwenderseminars, über das wir in dieser Ausgabe berichten. S. 25

Umweltanalytik

Schleichendes Gift



Entnahmepraxis und Behandlung einer Probe beeinflussen die Aussagekraft und das Resultat der Analyse. Je weniger manipuliert wird, desto genauer spiegelt das Messergebnis die Wirklichkeit wider. Gut zu sehen am Beispiel des Nachweises von Schadstoffrückständen aus maritimen Sedimenten. S. 4

Metabolomics

Verwässerter Geschmack



Extreme Wetterlagen mit Dürreperioden im Wechsel mit großen Niederschlagsmengen können sich negativ auf den Ertrag und die Güte von Nutzpflanzen auswirken. Hierauf weisen aktuelle Untersuchungen saisonaler Teevariationen aus Monsungebieten in China hin. S. 6

Metabolomics

Analytische Massenbewegung



Sollen im Zuge epidemiologischer Studien große Probensätze in akzeptabler Zeit, unter konstanten Bedingungen und mit zuverlässig reproduzierbaren Resultaten analysiert werden, macht Handarbeit keinen Sinn. Metabolomics-Studien fordern eine automatisierte Vorgehensweise. S. 9

Dopinganalytik

Effiziente Kontrolle



Das Zentrum für präventive Dopingforschung der Sporthochschule Köln rüstet auf im Kampf gegen Dopingsünder. Für die Bestimmung verdächtiger Substanzen setzt das weltweit viel beachtete Institut auf ein vollautomatisiertes Dried-Blood-Spot-LC-MS/MS-System. S. 12

Lebensmittelanalytik

Raffiniertes Risiko



Bei der Raffination von Speiseölen können gesundheitlich bedenkliche Stoffe wie 3-MCPD und Glycidyl-Fettsäureester entstehen und das Produkt belasten. Ein automatisiertes GC/MS-Verfahren steigert die Effizienz bei der Bestimmung der Kontaminanten gemäß DGF C-VI 18 (10). S. 15

Lebensmittelanalytik

Das Kreuz mit dem Kraut



Pflanzliche Lebens- und Futtermittel können natürlicherweise toxische Pyrrolizidinalkaloide (PA) enthalten. Experten empfehlen daher, agrar-basierte Rohstoffe vor der Verarbeitung sowie Lebens- und Futtermittel hinreichend auf eine Kontamination mit PA zu kontrollieren. Die Methode der Wahl ist die LC/MS-Analyse nach vorangegangener Festphasenextraktion (SPE). S. 18

Forensik-Workshop

Toxikologisches Fachsimpeln

Auf einem Forensik-Workshop, den GERSTEL gemeinsam mit Macherey-Nagel sowie mit Experten aus der Rechtsmedizin im November 2017 durchgeführt hat, lernten rund 20 Teilnehmer spezielle Methoden und Analysetechniken u. a. zum Nachweis von Drogen kennen und zu nutzen. S. 26

Mülheim Water Award 2018 S. 3

Eberhard-Gerstel-Preis 2018 S. 3

Vorschau S. 27

Impressum S. 28

Schleichendes Gift



Entnahmepraxis und Behandlung einer Probe beeinflussen die Aussagekraft und das Resultat der Analyse. Je weniger manipuliert wird, desto genauer spiegelt das Messergebnis die Wirklichkeit wider. Gut zu sehen am Beispiel des Nachweises von Schadstoffrückständen aus maritimen Sedimenten.

Von Guido Deußing

Wenn Gewässer mit Schadstoffen belastet sind, lässt sich das nicht per se auf einen aktuellen äußeren Eintrag zurückführen. Ursächlich sein können ebenso Rückstände, die bereits vor geraumer Zeit ins Wasser gelangt und zwischenzeitlich, an Partikeln adsorbiert, sedimentiert sind und die vom Grund aus kontinuierlich und gleichmäßig, einem Verteilungsgleichgewicht folgend, das Wasser kontaminieren. Will man Aussagen über den Belastungsgrad des Meeresbodens treffen und bewerten, ob eine Gefahr für die dortige aquatische Lebenswelt besteht, ist die Bioverfügbarkeit der im Sediment eingelagerten Schadstoffe zu untersuchen. Die US-amerikanischen Wissenschaftler Robert P. Eganhouse und Erica L. DiFilippo haben auf Basis der Thermodesorptions-Gaschromatographie mit Massenspektrometrie (TD-GC/MS) eine Methode entwickelt, mit der dieses Vorhaben „einfach, kostengünstig, effizient und präzise“ gelingt [1].

Eigenschaften der Probenahme

Als Teil eines interdisziplinären Projekts war es Aufgabe der Wissenschaftler, Aussagen über den Verbleib und das Schicksal des 1972 in den USA verbotenen Insektizids Dichlordiphenyltrichlorethan (DDT) und ähnlicher Verbindungen (DDX) im Sediment des Kontinentalsockels vor der Küste Kaliforniens nahe Los Angeles zu treffen. Die Studie erfolgt vor dem Hintergrund der öffentlich geführten Diskussion darüber, ob die Notwendigkeit einer

kostenintensiven Sanierung besteht [2]: Zwischen 1947 und 1971 hat die Montrose Chemical Corporation Hunderte Tonnen DDT über die Kanalisation in den Pazifik eingeleitet und damit das Gewässer im Gebiet des Palos-Verdes-Festlandssockels (Schelf) kontaminiert.

Das Ziel von Eganhouse und DiFilippo war es nun, eine Analysenmethode zu entwickeln, die im Labor auf effiziente Weise und in einem akzeptablen Zeitraum einen möglichst realistischen Blick auf die Zustände unmittelbar in und über dem Meeresboden ermöglicht.

An drei Stellen des Palos-Verdes-Schelfs unternahmen die Wissenschaftler in etwa 60 Meter Tiefe Kernbohrungen, bei denen sie bis zu 40 Zentimeter tief in das Sediment eindringen. Zur Entnahme der Sedimentproben verwendeten sie spezielle Kunststoffzylinder. Die Zylinder waren der Länge nach mit Bohrungen versehen, die während der Beprobung mit Schrauben verschlossen waren. An Bord geholt, verschlossen die Wissenschaftler die beiden Enden der mit den Bohrkernen beladenen Zylinder; überstehendes Wasser ließ man über ein Belüftungsventil ablaufen. Dies alles geschah, ohne den eingeschlossenen Sedimentkern zu stauchen und in seiner Zusammensetzung beziehungsweise Struktur zu verändern, schildern Eganhouse und DiFilippo. Die Bohrkern wurden danach gekühlt und ins Labor des United States Geological Survey (USGS) Water Science Center in San Diego gebracht, wo sie in vertikaler Lage bei elf Grad Celsius bis zur Analyse gelagert wurden.

Extraktion mit Einmal-Faser

Eganhouse und DiFilippo gelang es, den realen Zustand des Sediments weitestgehend zu konservieren und das Gleichgewicht der natürlichen Verteilung der Schadstoffe zwischen Sediment und Wasser in den Sedimentporen nicht zu verändern. Hierauf beziehungsweise auf die im Porenwasser frei vorliegenden Schadstoffe richteten die Wissenschaftler ihr weiteres Augenmerk.

Die nächste Stufe bestand darin, die im Porenwasser vorliegenden Schadstoffe zu extrahieren und für die TDU-GC/MS-Analyse auf einem geeigneten Trägermaterial anzureichern.

Eganhouse und DiFilippo hatten sich als Extraktionstechnik auf die Festphasenmikroextraktion (SPME) verständigt und verwendeten nach hinreichenden Testläufen mit einer dünnen Lage Polydimethylsiloxan (PDMS) beschichtete, zehn Zentimeter lange Fused-Silica-Fasern (Fiberguide / Dr. M. T. O. Jonker), die sie durch die seitlich angebrachten Bohrungen in den Kunststoffzylindern in den Sedimentkern einführten. Dort verblieben die Fasern für bis zu 79 Tage, um ein Gleichgewicht zwischen Faser, Wasser und Sediment entstehen zu lassen.

Die Fasern wurden nach unterschiedlichen Verweilzeiten entnommen und für die Thermodesorptions-GC/MS-Analyse präpariert: Sie wurden gespült, getrocknet und in zwei Zentimeter lange Stücke geschnitten, die wiederum in Mikrovials überführt und bis zur Messung kontaminationsfrei bei -20 °C gelagert wurden.

Intuitive Softwaresteuerung

Die Mikrovials, die jeweils drei Stücke einer einzelnen SPME-Faser enthielten, wurden in spezielle taillierte Thermodesorptionsröhrchen aus Glas überführt, die mit einem Transport-Adapter für die automatisierte Handhabung durch den GERSTEL-MultiPurposeSampler (MPS) versehen waren. Für die Thermodesorption der SPME-Fasern verwendeten Eganhouse und DiFilippo eine GERSTEL-ThermalDesorptionUnit (TDU), die mit einem GERSTEL-KaltAufgabeSystem (KAS) verbunden war, in dem die verflüchtigten Analyten unter Einsatz einer Flüssigstickstoffkühlung cryofokussiert wurden.

Dank seiner intuitiven MAESTRO-Software-Steuerung ermöglicht der GERSTEL-MPS laut Eganhouse und DiFilippo überdies sowohl den raschen und sicheren Wechsel der Glasröhrchen als auch die automatisierte Aufgabe von Kalibrationsstandards oder die Zugabe interner Standardlösungen in die TDU-Röhrchen.

Vom KAS aus wurden die Analyten temperaturprogrammiert auf einen Agilent 6890-Plus-GC überführt; die Trennung der Analyten erfolgte auf einer 30 m langen DB 5-Fused-Silica-Kapillarsäule mit 0,25 mm ID und 0,25 µm Schichtdicke, die über eine beheizte Transferleitung unmittelbar an ein 5973 MSD (Agilent Technologies) angeschlossen war. Das Interface wurde isotherm auf 275 °C gehalten, der Quadrupol auf 150 °C und die Ionenquelle auf 230 °C. Die Aufzeichnung erfolgte im Full-Scan-Modus von 50 bis 500 amu mit 1,68 Scans pro Se-

kunde. Die Steuerung des TDU-GC/MS-Systems sowie die Datenerfassung erfolgten über die Agilent-ChemStation mit integrierter GERSTEL-MAESTRO-Software. Die Bestätigung der Verbindungsidentität basierte auf MS- und Retentionszeitdaten sowie dem Vergleich mit Massenspektren in den NIST-MS-Datenbanken, berichteten Eganhouse und DiFilippo.

Die Zielvorgaben wurden erfüllt

Nach einer Zeit umfangreicher Optimierungsarbeiten, im Zuge derer Eganhouse und DiFilippo die verschiedenen Stellschrauben, darunter die Art des Extraktionsmediums sowie die verwendeten Temperaturen und Temperaturprofile, feinjustiert hatten, gelang den Forschern mit ihrer TDU-GC/MS-Methode die Bestimmung von zehn DDT-verwandten Verbindungen im Porenwasser mariner Sedimentproben. Zu den Analyten zählten: 4,4'-DDNS, 4,4'-DDNU, 4,4'-DDMU, 2,4'-DDE, 4,4'-DDMS, 4,4'-DDE, 2,4'-DDD, 4,4'-DDD, 2,4'-DDT und 4,4'-DDT. Die Bestimmungsgrenzen der Methode lagen im Full-Scan-Modus für alle DDX im Bereich von 1,77 ng/µL (4,4'-DDNS) und 1,66 ng/µL (4,4'-DDT), im Single-Ion-Monitoring-Modus (SIM) zwischen 1,90 pg/µL (4,4'-DDNS) und 4,98 pg/µL (4,4'-DDT).

Die relevanten statistischen Parameter sprechen von einer hohen Güte der zugrunde liegenden TDU-GC/MS-Methode, die sich obendrein als relativ einfach in der Handhabung, kostengünstig, effektiv und präzise erwiesen habe, schreiben die Forscher in ihrer Schlussfolgerung. Mit ihrer Methode ließen sich zudem auch andere hydrophobe organische Verbindungen im Konzentrationsbereich unterhalb Parts-per-Trillion mit kommerziell verfügbarer Ausrüstung nachweisen. Insbesondere eigne sich ihre Methode für Studien, die eine hohe räumliche Auflösung erfordern oder eine Langzeitüberwachung umweltrelevanter Parameter zum Inhalt haben.

Apropos: Die Analyse des Porenwassers jener Sedimentproben, die Eganhouse und DiFilippo im Zuge von Kernbohrungen gezogen haben, wiesen eine dominante Belastung mit 4,4'-DDNU, 4,4'-DDMU, 4,4'-DDE und 2,4'-DDE auf. Die Wissenschaftler fanden ferner eine Anzahl unterschiedlicher Verbindungen natürlichen und anthropogenen Ursprungs, darunter Fettsäuren, Sterole, Tenside, Benzinadditive, Antioxidantien, Weichmacher sowie polychlorierte Biphenyle (PCB).

Quelle

- [1] Robert P. Eganhouse, Erica L. DiFilippo, Determination of 1-chloro-4-[2,2,2-trichloro-1-(4-chlorophenyl)ethyl]benzene and related compounds in marine pore water by automated thermal desorption-gas chromatography/mass spectrometry using disposable optical fiber, *Journal of Chromatography A*, 1415 (2015) 38–47

- [2] www.scientificamerican.com/article/the-mystery-of-the-vanishing-ddt-in-the-ocean-near-los-angeles (10. 12. 2017)



Verwässerter Geschmack

Extreme Wetterlagen mit Dürreperioden im Wechsel mit großen Niederschlagsmengen können sich negativ auf Ertrag und Güte von Nutzpflanzen auswirken. Hierauf weisen aktuelle Untersuchungen saisonaler Teevariationen aus Monsungebieten in China hin.

Von Guido Deußing

Tee ist nach Wasser mit Abstand das am meisten konsumierte Getränk weltweit. Ungeachtet einer potenziellen oder faktischen physiologischen Wirkung: Bei Tee kommt es, wie bei Kaffee auch, in erster Linie auf Wohlgeschmack und Bekömmlichkeit an. Verbraucher beurteilen die Qualität von Kaffee und Tee weniger danach, ob das Heißgetränk der Gesundheit zuträglich ist, sondern vielmehr daran, ob es ihnen schmeckt. Gerade die sensorischen Merkmale Aroma und Geschmack seien es nun aber, die beeinträchtigt würden, erklärt Professor Albert „Al“ Robbat Jr. vom Department of Chemistry der Tufts University in Medford im US-amerikanischen Bundesstaat Massachusetts gegenüber GERSTEL Aktuell, wenn die Ernte buchstäblich ins Wasser falle.

Tee – ein ideales Studienmodell

In Kooperation mit Kollegen unterschiedlicher Disziplinen untersuchte Al Robbat Teeproben aus Yünnán, einer im Südwesten Chinas gelegenen, für ihren Teeanbau bekannten Provinz. Ziel sei es gewesen, eine Antwort auf die Frage zu finden, schildert der Chromatographie-Experte, warum Tee, der in der vom Monsun geprägten Regenzeit geerntet wird, weniger aromatisch sei und mehr Fehlgeschmack aufweise als ein im Frühjahr – vor dem Monsun – von derselben Pflanze geernteter Tee.

Unter der sensorischen Minderqualität und den Fehlgerüchen und Fehlparfums leide nicht allein der Tee-Genießer, sondern auch der Bauer, der beim Verkauf des Monsuntees erhebliche Preisverluste gegenüber dem im Frühjahr geernteten Tee in Kauf nehmen müsse, sagt Al Robbat. Da man in der Region auch in Zukunft infolge des Klimawandels vermehrt mit extremen Wetterlagen und einer bereits jetzt schon erkenn- und spürbaren

Verschiebung des Monsunbeginns mit längeren Dürreperioden im Frühjahr und höheren Niederschlagsmengen während des Monsuns

sowie mit Ernteausfällen rechnen müsse, bestehe Aufklärungsbedarf, erklärt Al Robbat. Die Wissenschaftler machten sich also daran, die Ursachen für den Geschmacksverlust von Tee aus der Region Yünnán zu ergründen. Was Robbat und seine Kollegen bei ihrer Untersuchung herausbekamen, darüber berichten sie im *Journal of Chromatography A* [1].

Vorversuche weisen den Weg

Erste Untersuchungen von Tee, der in den Bergen von Yünnán in der Zeit von Frühling bis Monsunsaison geerntet wurde, kamen zu folgenden Ergebnissen: Mit der Zunahme der Regenmenge sank die Konzentration von Katechinen (Katechin, Katechingallat, Epikatechin-3-gallat, Epigallokatechin, Epigallokatechin-3-gallat, Gallussäure, Gallokatechin und Gallokatechin-3-gallat) sowie von Methylxanthinen (Koffein, Theobromin und Theophyllin) um mehr als 50 Prozent, berichtet Al Robbat [2]. Katechine und Methylxanthine sind adstringierende Bitterverbindungen, die charakteristisch sind für qualitativ hochwertige Yünnán-Tees. „Anfangs haben wir noch angenommen, dass sich der Qualitätsverlust auf eine Art Verdünnungseffekt zurückführen lasse, sozusagen als ob die Wachstumsrate der Pflanze die Produktion sekundärer Metaboliten, zu denen die Aroma- und Geschmacksstoffe zählen, übersteigt“, schildert der Forscher. Da jedoch die Gesamtphenolkonzentration und die Aktivität der Antioxidantien in Frühlingstee geringer ausgefallen sei als in vergleichbaren Monsun-Tees, hätten er und seine Kollegen geschlussfolgert, die Pflanzenchemie und -physiologie habe sich in Gänze verändert und an die Niederschlagsmengen angepasst, verbunden mit einer Veränderung des Profils der Geschmack und Geruch determinierenden Metaboliten.

Die Idee habe nahegelegen, erklärt Professor Robbat, sich nicht allein auf bestimmte markante Inhaltsstoffe im Tee zu konzentrieren, die möglicherweise den Teegeschmack und -geruch dominierten, sondern idealerweise die Gesamtheit aller aromarelevanten Verbindungen aufzuschlüsseln und ein Profil möglichst vieler Metaboliten zu erstellen, um verstehen zu können, wie unterschiedliche Umweltbedingungen die Teechemie beeinflussten und veränderten.

Einblick in den Pflanzenstoffwechsel

Geschmack und Aroma von Tee sind ein Ergebnis komplexer Wechselwirkungen zwischen Hunderten chemi-



Teepflückerin im chinesischen Hochland

schen Verbindungen. Al Robbat: „Die Erweiterung der Zahl potenzieller sensorischer Metaboliten und ihre Verfolgung über einen gewissen Zeitverlauf ist entscheidend für das Verständnis, wie Umwelt- und Klimafaktoren die Teequalität beeinflussen, insbesondere deshalb, weil auch scheinbar unbedeutende Verbindungen signifikant Einfluss nehmen können.“

Obgleich die meisten in der Literatur gelisteten Studien den Fokus auf saisonale Änderungen bei nicht-flüchtigen Verbindungen richteten, besäßen flüchtige organische Verbindungen mit niedrigen Geruchsschwellen einen großen Anteil am Gesamteindruck von Geschmack und Aroma, sagt Al Robbat. Aus dieser Erkenntnis habe sich der Ansatz abgeleitet, die GC/MS als Mittel der Wahl zur Analyse und Detektion der Metaboliten zu nutzen.

Aromaforschung braucht die GC/MS-Analyse

Die GC/MS beziehungsweise Variationen dieser Trenntechnik sind in der Metabolomics-Forschung weitverbreitet (siehe dazu auch Seite 9). Aufgrund der Komplexität der Probenmatrix und der großen Zahl der darin enthaltenen potenziellen aromarelevanten Komponenten – von 600 sei in der Literatur die Rede, berichtet Al Robbat – wurde eine sequenzielle multidimensionale GC-GC/MS genutzt, um die detektierbaren Metaboliten in Frühling- und Monsuntees möglichst in toto zu erfassen. Die hierbei gewonnenen Daten dienten zum Aufbau einer Metaboliten-Datenbank, auf die eine Deconvolution-Software zurückgreift und mit der es gelinge, selbst komplexe Analysen mit überlagernden Signalen in kürzester Zeit mit Standard-GC/MS-Sys-



temen durchzuführen, berichtet der Wissenschaftler. Die von ihm und seinen Kollegen entwickelte Deconvolution-Technologie bietet einige Mehrwerte im Vergleich zu konventionellen Vorgehensweisen, einschließlich der Möglichkeit, Retentionszeiten und reine Massenspektren von Metaboliten zu erhalten, die nicht durch Matrixstörungen belastet sind, sowie unbekannte Komponenten zu identifizieren, die durch andere Verbindungen verdeckt werden.

Technik ermöglicht Messerfolg

Al Robbat: „Um eine Vergleichsdatenbank zu erstellen, analysierten wir Teeproben bestehend aus Knospe und Blättern, die in einem Zeitraum von 18 Tagen gesammelt worden waren, der sowohl die trockene (Frühling) als auch die regnerische Zeit (Monsun) überspannte.“

Die Teeproben seien im Feld kurz thermisch behandelt worden, um die enzymatische Aktivität zu stoppen, und anschließend in verschlossenen Plastiktüten ins Labor geschickt worden, wo sie vakuumverschlossen und in Alufolie gewickelt im Gefrierschrank bis zur Analyse gelagert wurden.

Zur GC-MS-Analyse kamen Extrakte der Teeproben, die laut Albert Robbat mittels simultaner Destillation/Extraktion (SDE) unter Einsatz des Likens-Nickerson-Verfahrens gewonnen wurden – nach Aufguss mit entionisiertem Wasser und Einengung unter Stickstoff über wasserfreiem Natriumsulfat.

Zunächst sei es darum gegangen, aus den Teeproben, die in der Trockenperiode im Frühjahr und in der Regenzeit des Monsuns genommen wurden, möglichst viele Metaboliten herauszufiltern und eine umfangreiche Vergleichsdatenbank aufzubauen.



Foto: GERSTEL / Wolfram Schroll

Mit einem vergleichbaren MPS-GC/MS-System nahm Professor Al Robbat die im Beitrag beschriebene Analyse sekundärer Pflanzenmetabolite vor.

Für die Tandem-GC-Analyse arbeiteten Al Robbat und Kollegen mit zwei Systemen von Agilent Technologies (GC 6890): Das erste System war mit einem FID ausgestattet; die Trennung der Analyten erfolgte über eine polare stationäre Phase, die Probenaufgabe in das KaltAufgabeSystem (GERSTEL-KAS) des GC automatisiert mit einem MultiPurposeSampler (GERSTEL-MPS).

Die Säule des zweiten GC enthielt eine unpolare Phase und war mit einer Kühlfalle (GERSTEL-CTS) ausgestattet, um „Heart-Cuts“ aus Vorsäulenchromatogrammen anzureichern, um die auf der ersten Säule koeluiierenden Zielanalyten auf der zweiten Säule sauber trennen und mittels des angeschlossenen Massenspektrometers (MSD 5973, Agilent Technologies) identifizieren zu können.

Analyse bestätigt sensorischen Eindruck

Al Robbat: „Die Ergebnisse unserer Analyse stimmen überein mit den Eindrücken der Teebauern der Region Yünnán, die ihrem Frühlingstee eine bessere Qualität und ein süßes, florales Aroma attestierten gegenüber dem grün-erdig schmeckenden Monsuntee.“

Mittels Tandem-GC/MS-Analyse sei es gelungen, insgesamt „201 Metaboliten im Frühlingstee und 196 Metaboliten im Monsuntee zu identifizieren, mit 169 gemeinsamen und 59 saisonal einmaligen Verbindungen“. Weitere 163 Verbindungen wurden detektiert, konnten aber noch nicht identifiziert werden.

Da man in Zukunft weiterhin mit extremen Wetterlagen rechnen müsse, sei die Pflanzenforschung auf Instrumente angewiesen, mit denen sich die Einflüsse des Klimas und der Umwelt nicht nur auf den Pflanzenwuchs und den Ernteertrag, sondern auch auf Geschmack, Aroma und Nährwert von Nutzpflanzen untersuchen ließen:

„Unsere Arbeit liefert die Grundlage, um saisonale Variationen der Teechemie zu beobachten“, ist Al Robbat überzeugt. Sie könne überdies die Grundlage für Metabolomics-Forschungen an anderen zwecks Nahrungs- und Futtermittelgewinnung kultivierten Nutzpflanzen bilden.

Quellen

- [1] A. Kowalsick, N. Kfoury, A. Robbat Jr., S. Ahmed, C. Orians, T. Griffin, S. B. Cash, J. R. Stepp, Metabolite profiling of *Camellia sinensis* by automated sequential, multidimensional gas chromatography/mass spectrometry reveals strong monsoon effects on tea constituents, *Journal of Chromatography A*, 1370 (2014) 230–239
- [2] S. Ahmed, J. R. Stepp, C. Orians, T. Griffin, C. Matyas, A. Robbat, S. Cash, X. Dayuan, L. Chunlin, U. Unachukwu, S. Buckley, D. Small, E. Kennelly, Effects of extreme climate events on tea (*Camellia sinensis*) functional quality validate indigenous farmer knowledge and sensory preferences in tropical china, *PLoS ONE* 9 (2014)e109126.



Metabolomics

Analytische Massenbewegung

Sollen im Zuge epidemiologischer Studien große Sätze an Blut-, Plasma- oder Urinproben in einem akzeptablen Zeitraum, unter konstanten Bedingungen und mit zuverlässig reproduzierbaren Resultaten analysiert werden, macht Handarbeit aus Sicht von Experten wenig Sinn. Metabolomics-Studien erfordern eine vollständig automatisierte Vorgehensweise.

Von Guido Deußing

Die Entstehung von Herz-Kreislauf-Erkrankungen, Adipositas, Diabetes (Typ II) und einigen Krebserkrankungen wird von Experten unter anderem mit mangelnder Bewegung und Fehlernährung in Verbindung gebracht. Vor allem fettreiche Lebensmittel können die Gesundheit und das Wohlbefinden nachhaltig beeinträchtigen. Allerdings reagieren die Menschen unterschiedlich auf vergleichbare Lebensweisen. Anders lässt es sich nicht erklären, dass zum Beispiel eine Fast-Food-dominierte Ernährung den einen an Gewicht und Körperumfang zunehmen und erkranken lässt, einen anderen jedoch nicht.

Ursächlich hierfür sind möglicherweise nuancierte Unterschiede im genetischen Bauplan, was die Verarbeitung und Verwertung von Nahrung im Organismus betrifft.

Um den Einfluss der Ernährung auf die Gesundheit sowie die Rolle und den Einfluss des Genpools untersuchen und bewerten zu können, werden groß angelegte epidemiologische Studien durchgeführt, die den Stoffwechsel sowie die resultierenden Stoffwechselprodukte (Metaboliten) in den Blick nehmen. Deren Gesamtheit wird als Metabolom bezeichnet, ihre Erfassung und Quantifizierung als Metabolomics.

Profilierung Tausender Einzelkomponenten

Auf der Suche nach Erkenntnisgewinn und Erklärung möglicher genetischer und ernährungsbedingter Zusammenhänge arbeiten Forscher mithilfe der Metabolit-Profilierung daran, insbesondere in Blut, Urin oder in anderen Körperflüssigkeiten Biomarker zu identifizieren, die Aufschluss geben können über die im Körper ablaufenden Stoffwechselprozesse. Eingesetzt werden hierbei in aller Regel anspruchsvolle, hinreichend aussagekräftige Analysetechniken wie die Massenspektrometrie, oft in Verbindung mit der Gaschromatographie oder der Hochleistungsflüssigchromatographie (GC/MS, LC/MS).

Metabolomics nur automatisiert sinnvoll

Um einen wissenschaftlichen Beleg (Evidenz) für eventuell ausgeprägte krankheitsmodifizierende Effekte zu erhalten, braucht es umfangreiche, verlässliche Datenmengen: Metabolomics-Studien gehen nicht selten mit der Bestimmung Hunderter bis Tausender Einzelkomponenten in

Zur Qualitätskontrolle wurden in jeder Sequenz auch QC-Proben mit definiertem Gehalt an Docosahexaensäure (DHA) und Eicosapentaensäure (EPA) analysiert. Der Tabelle zu entnehmen sind die Mittelwerte der Gehalte in Prozent, wobei n die Zahl der Sequenzen angibt, SD die Standardabweichung und % CV den prozentualen Variationskoeffizient. Die Auswertung zeigt die sehr gute Langzeitstabilität und -reproduzierbarkeit der Systeme. [1]

Monat	DHA			EPA		
	Mittelwert	SD	% CV	Mittelwert	SD	% CV
1 (n = 36)	2,14	0,06	2,60	0,46	0,02	4,22
2 (n = 36)	2,14	0,06	2,66	0,46	0,01	2,22
3 (n = 38)	2,13	0,06	3,02	0,47	0,03	7,28
4 (n = 38)	2,15	0,08	3,58	0,47	0,04	9,16
5 (n = 37)	2,16	0,06	2,66	0,47	0,03	7,13
6 (n = 38)	2,15	0,05	2,47	0,48	0,04	8,46
7 (n = 38)	2,16	0,04	1,78	0,47	0,03	6,54
8 (n = 38)	2,15	0,07	3,23	0,47	0,02	5,30
9 (n = 38)	2,15	0,06	2,71	0,46	0,03	6,90
10 (n = 38)	2,17	0,05	2,55	0,46	0,03	6,31
Vergleich der Mittelwerte	P = 0,062			P = 0,064		

sehr großen Probensätzen einher. Allein die große Zahl an Proben und Analyten in einem überschaubaren Zeitraum zu untersuchen, stellt eine Herausforderung dar. Obendrein gilt es, Rahmenbedingungen zu schaffen, die zuverlässig reproduzierbar richtige Resultate gewährleisten. Diesem Anspruch gerecht werde man nur schwer durch Handarbeit, sei sie auch noch so solide, sind Experten überzeugt und setzen bei der Metabolomics-Forschung auf ein Maximum an Automatisierung. Etwa Laura Yun Wang und Kollegen vom Elsie Widdowson Laboratory sowie dem Institute of Metabolic Science im englischen Cambridge.

In ihrer online auf *Genome Medicine* frei zugänglich (Open Access) publizierten Arbeit, berichten Laura Yun Wang et al. über ihre Entwicklung und Validierung einer robusten, vollständig automatisierten Methode zur Bestimmung von Phospholipid-gebundenen Fettsäuren aus menschlichem Blutplasma zwecks metabolischer Phänotypisierung im Rahmen einer groß angelegten epidemiologischen Studie mit einem Probensatz von n > 25.000 [1,2]. Deutlich legen die Wissenschaftler dar, wo sie die Schwierigkeiten der klassischen, in weiten Teilen manuellen beziehungsweise lediglich teilautomatisierten Analytik sehen und wie sie die für die Methode re-

levanten Arbeitsschritte vollständig automatisiert und auf Tauglichkeit überprüft haben.

Herausforderung Probenvorbereitung

Im großen Stil ließen sich ernährungsrelatierte Biomarker im Rahmen epidemiologischer Studien jedoch nur dann nutzen, wenn man sie hinreichend schnell, kostengünstig, auf robuste Weise und genau bestimmen könne, schreiben Laura Yun Wang et al. Für die Profilierung der Fettsäuren der Phospholipid-Fraktion im Humanplasma bedarf es einer Vielzahl unterschiedlicher Arbeitsschritte. Die Lipide sind in Gänze aus dem Plasma vermittels einer Festphasenextraktion (SPE) zu extrahieren, daraus wiederum die Phospholipide, die ihrerseits in freie Fettsäuren und flüchtige Fettsäuremethylester (FAME) umzuwandeln und mittels GC/FID zu analysieren sind. Mit dieser Methode lassen sich unterschiedliche geometrische Isomere spezieller Fettsäuren, namentlich unter anderem *cis*- und *trans*-Ölsäuren, in einem GC-Lauf in akzeptabler Zeit bestimmen, schreiben die Wissenschaftler.

Von Hand ausgeführt würden diese doch sehr komplexen Arbeitsschritte viel Zeit in Anspruch nehmen und überdies anfällig sein für Fehler, bringen es Laura Yun Wang et al. auf den Punkt. Wie der Literatur zu entnehmen gewesen sei, hätten mehrere Arbeitsgruppen bereits Methoden zur automatisierten Profilierung von Fettsäuren aus menschlichem Plasma entwickelt. Zwar sei in den von ihnen gesichteten Arbeiten von einem hohen Probendurchsatz die Rede gewesen, nie aber von einer vollständigen Automatisierung der gesamten Analytik, einschließlich der Extraktion der Phospholipid-Fraktion oder der Hydrolyse und Derivatisierung der freien Fettsäuren, sowie von großen Probensätzen für epidemiologische Studien. Dieses Ziel wurde nun von Laura Yun Wang und Kollegen nach eigenen Angaben erreicht.

Alle Arbeitsschritte vollständig automatisiert

Unter Einsatz dreier kombinierter Automatisierungssysteme sei es ihnen gelungen, schreiben die Wissenschaftler, mit hohem Probendurchsatz die Fettsäuren aus der im Humanplasma enthaltenen Phospholipid-Fraktion im Rahmen epidemiologischer Studien zwecks Aufklärung genetischer und ernährungsspezifischer Zusammenhänge bei der Entwicklung von Diabetes (Typ II) hinreichend reproduzierbar zu bestimmen, und zwar mit über einen langen Zeitraum stabilen Resultaten.

Jedes der drei Automatisierungssysteme bestand aus jeweils zwei unabhängig voneinander arbeitenden Multi-PurposeSamplern (GERSTEL-MPS). Einer der beiden Autosampler war mit der Möglichkeit zur automatisierten Festphasenextraktion (GERSTEL-SPE) und einer integrierten Zentrifuge ausgestattet und diente als allein stehende Workstation für die automatisierte Extraktion und Aufreinigung der Lipidfraktion. Der zweite MPS saß dem GC/MS-System auf und führte die Probenvorbereitung,



GERSTEL-MultiPurposeSampler (MPS), in unterschiedlichen Ausführungen als Single-Rail und Dual-Head-Version (vergleichbar dem Dual-Rail-Sampler) verfügbar, wie er von Laura Yun Wang et al. zur automatisierten Bestimmung von Phospholipid-Fettsäuren aus menschlichem Blutplasma eingesetzt wurde.

Foto: GERSTEL / Wolfram Schroll

also die Schritte der Hydrolyse und Derivatisierung der FAME zu Fettsäuremethylestern, sowie die Injektion der Probe in den online gekoppelten GC 7890 N von Agilent Technologies aus.

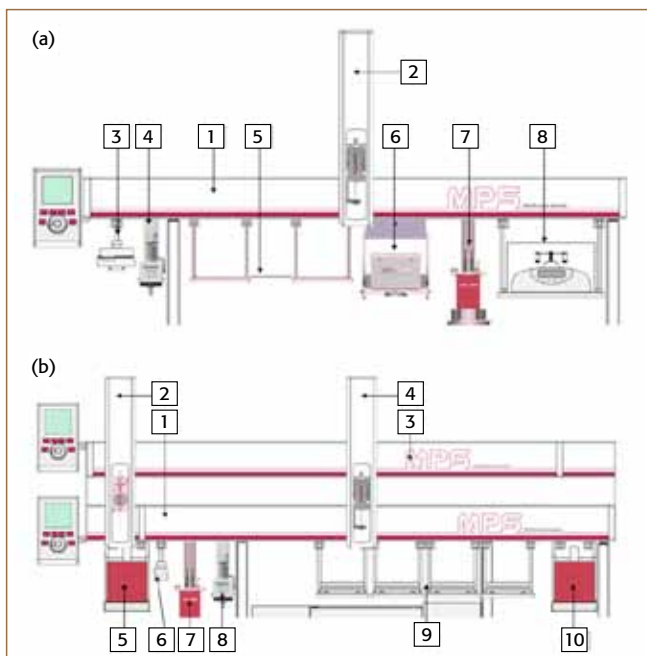
Bei der Wahl des zweiten Autosamplers legten Laura Yun Wang et al. Wert auf Funktionalität: Der MPS in der Ausführung als Dual-Rail- beziehungsweise Dual-Head-Variante verfügt über zwei unabhängig voneinander und in alle drei Raumrichtungen agierende Arme, die zeitgleich unterschiedliche Werkzeuge beziehungsweise unterschiedlich dimensionierte Spritzen einsetzen können, wie sie im Zuge weitreichender Probenvorbereitungsschritte einschließlich der Dosierung großvolumiger Flüssigkeitsmengen sowie zur Injektion der Probe im μL -Maßstab in ein angeschlossenes GC-System vonnöten sind. Wichtig für die hohe Güte und Reproduzierbarkeit der Resultate ist die sequenzielle Abarbeitung der Proben: Jede Probe wird erst unmittelbar vor der Analyse bearbeitet; alle Proben erfahren die exakt gleiche Behandlung in exakt der gleichen Zeit. Diese Tatsache und die Möglichkeit einer umfangreichen benutzerfreundlichen Softwaresteuerung erlauben eine reibungslose Probenvorbereitung und Analyse ohne Eingreifen des Laborpersonals.

Was am Ende zu sagen übrig bleibt

Die Bestimmung eines großen Probensatzes, wie ihn Laura Yun Wang und Kollegen im Rahmen des EPIC-InterAct-Projekts (siehe Kasten u. l.) bezüglich der Bestimmung von Phospholipid-Fettsäuren aus menschlichem Blutplasma zwecks metabolischer Phänotypisierung zu bearbeiten hatten, dauert auch unter günstigsten Bedingungen, wie sie eine intelligente Automatisierung schafft, mehrere Monate. Die drei von den Wissenschaftlern eingesetzten Probenvorbereitungs- und Analysensysteme liefern selbst über solch große Zeiträume geräteunabhängig gut reproduzierbare, verlässliche und stabile Ergebnisse.

Im direkten Vergleich mit der manuellen Vorgehensweise habe die automatisierte Bestimmung unter Einsatz der MultiPurposeSampler (MPS) überzeugt, berichten Wang et al. Etwa durch die Reduktion der sonst üblichen Bearbeitungs- und Analysenzeit: Manuell ließen sich maximal 350 Proben pro Monat analysieren, umgerechnet 4.200 Proben pro Jahr. Die Automatisierung der Analytik unter Einsatz des MPS, wie er in ihrer Arbeit beschrieben sei, habe hingegen zu einem Durchsatz von 90 Proben pro Tag geführt. Pro Monat habe man 1.200 Proben analysiert, in zwei Jahren 860 Sequenzen mit einer Probenzahl von $n > 25.000$. [1]

Die von ihnen beschriebene Methode [1] besitze eine gute Reproduzierbarkeit, schreiben Laura Yun Wang et al., und Langzeitstabilität für die Bestimmung von Fettsäuren in Plasmaphospholipiden sowohl im Rahmen epidemiologischer Forschungsstudien als auch in der Routineanalytik. Obendrein ließe sich ihre Methode leicht adaptieren für die Untersuchung anderer Matrices wie Zellextrakte, Gewebehomogenate und Nahrungsmittelproben.



MultiPurposeSampler (MPS)-Systeme zur automatisierten Probenvorbereitung und Derivatisierung von Fettsäuren der Phospholipidfraktion aus Humanplasma. (a) MPS-Single-Rail für die Extraktion der Phospholipidfraktion, ausgestattet mit: 1) Festphasenextraktion [SPE-Option]; 2) Spritzenhalter; 3) Salzlösungsreservoir; 4) Lösungsmittelreservoirs; 5) Drei-Positionen-Tray-Halter; 6) SPE-Kartuschen-Fach; 7) SPE / Eindampfen; 8) Vortex / Zentrifuge. (b) MPS-Dual-Rail-Dual-Head für die Hydrolyse, Derivatisierung und Injektion von Phospholipiden. 1) Derivatisierungseinheit; 2) Derivatisierungsspritzenhalter; 3) Injektionseinheit; 4) Injektionsspritzenhalter; 5) beheizte Zone; 6) Waschflaschen; 7) SPE / Eindampfen; 8) Lösungsmittelreservoirs; 9) Vier-Positionen-Tray-Halter; 10) Rührwerk. [1]

Quellen

- [1] Laura Yun Wang, Keith Summerhill, Carmen Rodriguez-Canas, Ian Mather, Pinal Patel, Michael Eiden, Stephen Young, Nita G. Forouhi, and Albert Koulman, Development and validation of a robust automated analysis of plasma phospholipid fatty acids for metabolic phenotyping of large epidemiological studies, *Genome Medicine* 5 (2013) 39, doi: 10.1186/gm443
- [2] N. G. Forouhi, F. Imamura S. J. Sharp, A. Koulman, M. B. Schulze, J. Zheng, Z. Ye, I. Sluijs, M. Guevara, J. M. Huerta, J. Kröger, L. Y. Wang, K. Summerhill, J. L. Griffin, E. J. Feskens, A. Affret, P. Amiano, H. Boeing, C. Dow, G. Fagherazzi, P. W. Franks, C. Gonzalez, R. Kaaks, T. J. Key, K. T. Khaw, T. Kühn, L. M. Mortensen, P. M. Nilsson, K. Overvad, V. Pala, D. Palli, S. Panico, J. R. Quirós, M. Rodriguez-Barranco, O. Rolandsson, C. Sacerdote, A. Scalbert, N. Slimani, A. M. Spijkerman, A. Tjønneland, M. J. Tormo, R. Tumino, D. L. van der A, Y. T. van der Schouw, C. Langenberg, E. Riboli, N. J. Wareham, Association of Plasma Phospholipid n-3 and n-6 Polyunsaturated Fatty Acids with Type 2 Diabetes: The EPIC-InterAct Case-Cohort Study, *Genome Medicine* 13 (2016) e1002094; doi: 10.1371/journal.pmed.1002094

InterAct

InterAct ist ein 2006 gestartetes EU-Projekt. Es zielt darauf ab, die Zusammenhänge genetischer Veranlagung und der Lebensumstände, vor allem der Ernährungsgewohnheiten, zu untersuchen. InterAct will aufklären, welche Faktoren Diabetes (Typ II) begünstigen. Das Projekt umfasst eine epidemiologische Untersuchung (EPIC-Study) mit insgesamt 350.000 Studienteilnehmern aus zehn Ländern. Weitere Infos: www.inter-act.eu

Effiziente Kontrolle



Das Zentrum für präventive Dopingforschung der Sporthochschule Köln rüstet auf im Kampf gegen Dopingsünder. Für die Bestimmung verdächtiger Substanzen setzt das weltweit viel geachtete Institut auf ein vollautomatisiertes hochempfindliches Dried-Blood-Spot-LC-MS/MS-Analysensystem.

Von Guido Deußing

Wenn es um sportliche Höchstleistungen geht, das persönliche Leistungsvermögen jedoch auch ungeachtet hinreichender Trainingseinheiten unzureichend ist, sucht mancher Athlet sein Heil in der Einnahme leistungssteigernder Präparate. Mit welcher Systematik hierbei vorgegangen wird, zeigt die ARD-Dokumentation „Geheimsache Doping – Wie Russland seine Sieger macht“. Ein Fernsehteam des WDR liefert darin Beweise für flächendeckendes Doping in der russischen Leichtathletik, getragen von Trainern und Verbandsfunktionären [1].

Allerdings, nicht jedes Mittel, das die physische und/oder mentale Leistungsfähigkeit positiv beeinflussen kann, gilt als illegal, als Dopingmittel. Die Welt-Anti-Doping-Agentur

(WADA) hat ungeachtet dessen manche Substanz ihrer besonderen physiologischen Wirkung wegen unter Verdacht, im sportlichen Wettkampf zur Leistungssteigerung missbraucht zu werden. Die WADA prüft also, ob eine Ächtung und ein Verbot verdächtiger Substanzen auszusprechen sind. Auf der Beobachtungsliste der WADA befanden sich 2015 unter anderem Medikamentenwirkstoffe wie Bupropion, Phenylephrin, Phenylpropanolamin, Pipradol, Synephrin, aber auch Stimulanzien wie Koffein und Nikotin, sprich die anregenden Bestandteile von Genussmitteln wie Kaffee, Tee und Tabakerzeugnissen.



GERSTEL-DBS-A-System
(Foto: GERSTEL / Wolfram Schroll)

Doping mit Nikotin - geht das?

Im Jahr 2011 berichtete die Süddeutsche Zeitung (SZ), Wissenschaftler an der Universität Lausanne (Schweiz) hätten bei Sportlern unterschiedlicher Disziplinen erhöhte Nikotinwerte im Urin festgestellt [3]. „Es (Nikotin) verbessert nicht die Ausdauer oder Muskelkraft, versetzt aber das Gehirn in einen anderen Zustand“, zitierte die SZ damals den habilitierten Pharmakologen Fritz Sörgel, Leiter des Instituts für Biomedizinische und Pharmazeutische Forschung (IBMP) der Universität Nürnberg und anerkannter Dopingexperte [4]. Bei Sportarten, in denen es auf Reaktionsschnelligkeit und Konzentration ankomme, könne der Konsum von Nikotin den Sportlern Vorteile verschaffen.

Während das Rauchen von Tabakerzeugnissen nachweislich mit erheblichen gesundheitlichen Risiken verbunden ist, erweisen sich E-Zigaretten, Kau- oder Schnupftabak als attraktive Alternativen, weil sie sich offenkundig mit weniger negativen Begleiterscheinungen konsumieren lassen.

Gleiches gelte für sogenanntes Snus, eine in Norwegen und Schweden weitverbreitete Form oral konsumierten Tabaks. Dieses „Snus steht im Verdacht, zu Dopingzwecken missbraucht zu werden“, berichtet Professor Mario Thevis vom Zentrum für Präventive Dopingforschung der Sporthochschule Köln.

In Ermangelung klinischer Studien und fundierter Erkenntnisse über die Einnahme nikotinhaltiger Produkte zur Steigerung der Leistungsfähigkeit sowie generell aufgrund der Tatsache, dass die WADA Nikotin auf die Beobachtungsliste potenziell verdächtiger Dopingsubstanzen gesetzt hat, machte sich Thevis mit Kölner Kollegen sowie Wissenschaftlern des National Veterinary Institute und des Department of Chemistry im schwedischen Uppsala daran, eine „schnelle und kostengünstige“ Analyse-methode zu entwickeln, mit der sich Nikotin und seine Metaboliten nachweisen und Rückschlüsse auf die Art der Nikotinaufnahme ziehen lassen [5].

Kosten und Geschwindigkeit sind entscheidend

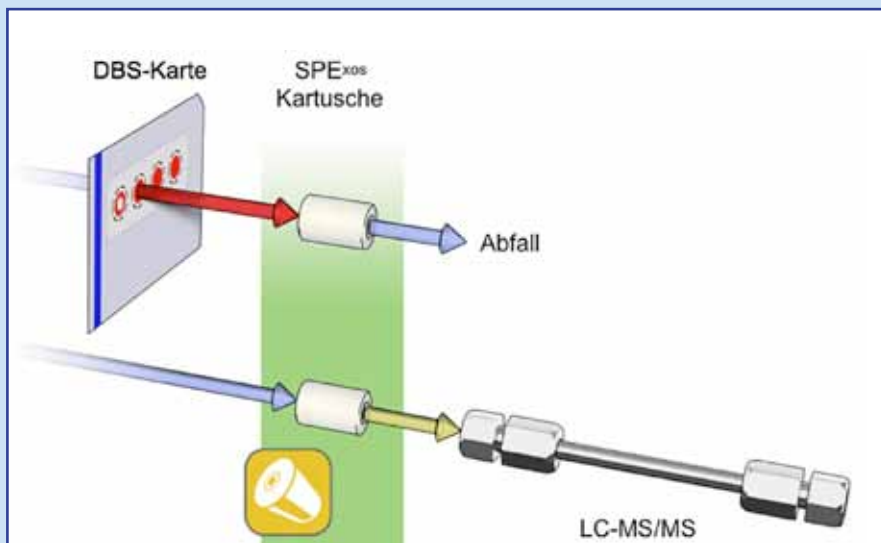
Bei der Wahl des Analysenverfahrens rückte die Dried-Blood-Spot-Analyse (DBS) in Verbindung mit einer online geschalteten Festphasenextraktion (SPE) und anschließender LC-MS/MS-Bestimmung der Analyten in das Blickfeld von Thevis et al. [6]. Die DBS hat sich laut der Wissenschaftler bereits vielfach bewährt, un-

ter anderem in der vorklinischen Pharmaforschung, im Monitoring therapeutisch verwendeter Wirkstoffe, der forensischen Toxikologie sowie zur Untersuchung von Stoffwechselerkrankungen. Ebenso gebe es inzwischen Beispiele für den Einsatz der DBS innerhalb der Doping-analytik.

Laut Mario Thevis et al. bietet die DBS eine Vielzahl von Nutzwerten gegenüber herkömmlichen Strategien der Entnahme von Blutproben: Die DBS sei minimalinvasiv – ein Piek in die Fingerbeere genüge, um eine für die Analyse hinreichende Menge Blut (etwa 20 µL) zu entnehmen. Wenige Tropfen Blut, aufgesogen von einem geeigneten zellulosehaltigen, filterpapierartigen Trägermaterial, genügen für eine erfolgreiche Dopingkontrolle auf ausgewählte Substanzen.

Positiv zu bewerten sei zudem eine hohe Langzeitstabilität der Blutproben bei Raumtemperatur; im Zuge des rasch verlaufenden Trocknungsprozesses werden aus den Proben die Feuchtigkeit entfernt und die Enzymaktivität ausgeschaltet, schreiben die Forscher im *Journal of Pharmaceutical and Biomedical Analysis* [5].

Um die Analyse durchführen zu können, sind jedoch zahlreiche Schritte der Probenvorbereitung erforderlich. „Zurzeit gehören zum voranalytischen Arbeitsablauf in der Regel das Ausstanzen des getrockneten Bluts, die Extraktion mittels geeigneter Lösemittel, gelegentlich verbunden mit einer Ultraschallbehandlung, weitere Reinigungsschritte wie das Ausfällen und Entfernen enthaltener Proteine oder die Filtration und Überführung des resultierenden Extrakts in ein geeignetes Proben-vial für die sich anschließende LC-MS/MS-Bestimmung“, schreiben Thevis et al. Um den großen manuellen Ar-



Schema des Extraktionsvorgangs bei der Dried-Blood-Spot-Analyse. (Grafik: GERSTEL)

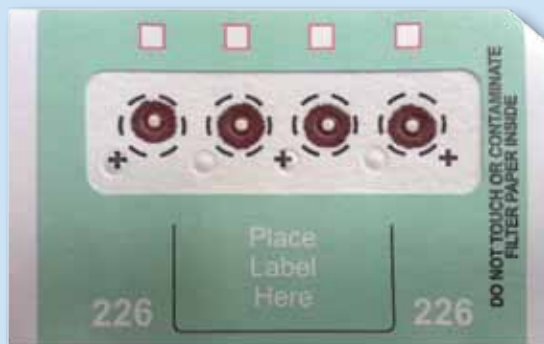


Snus steht im Verdacht, zu Dopingzwecken missbraucht zu werden.

Foto: istock / blAZER76



Für die DBS-Analyse verwendeter Proben-träger aus einem Cellulosema-
terial, das aufgrund seiner Struktur eine definierte Menge an Blut pro
Flächenmaß aufnimmt.



Bei der automatisierten DBS-Analyse durchströmt der Lösemittelfluss die
mit Blut getränkten Flächen und extrahiert eine definierte, exakt nachvoll-
ziehbare und hinsichtlich ihres Quantums wählbare Menge Blut.

beitsaufwand zu minimieren und die DBS-Probennahme
für einen hohen Probendurchsatz in der Routineanalytik
zu qualifizieren, bedarf es der Automatisierung.

Automatisierung der DBS kommerziell verfügbar

Thevis et al. verwendeten für die Bestimmung von Ni-
kotin, dessen Hauptmetaboliten Nornikotin, Kotinin
und *trans*-3'-Hydroxykotlinin (*trans*-3'-HCOT) sowie
der Alkaloide Anabasin und Anatabin ein unter Ein-
satz des GERSTEL-MPS vollständig automatisiertes
DBS-System (GERSTEL-DBS-A), gekoppelt an eine
Online-SPE (GERSTEL-SPE^{XOS}) und angebunden an
ein UHPLC-MS/MS (Thermo Dionex Ultimate 3000 /
Q Exactive Plus, Thermo Scientific).

Thevis et al.: „Unter Einsatz einer Online-SPE kann
der DBS direkt extrahiert, gereinigt und analysiert wer-
den.“ Die Automatisierung der DBS-Probenvorberei-
tung reduziere demnach nicht allein den Arbeitsaufwand,
schildern die Wissenschaftler, sondern verbessere oben-
drein die Extraktionsleistung (Durchflussdesorption der
Analyten [6]) sowie die Empfindlichkeit der Messung,
während sich das Kontaminationsrisiko reduziere.

Entwickelt wurde die Online-DBS-SPE-LC-MS/
MS-Methode unter Verwendung von Standardlösungen
unterschiedlicher Konzentrationen, mit denen Blutpro-
ben freiwilliger Spender, die weder geraucht noch Snus
konsumiert hätten, dotiert wurden; die Validierung er-
folgte gemäß den Empfehlungen der WADA und des
European Bioanalysis Forum (EBF). Zur Quantifizie-
rung der Zielanalyten wurden deuterierte Analoga einge-
setzt. Um potenzielle Unterschiede in der Pharmakoki-
netik untersuchen zu können, wendeten Thevis et al. ihre
Methode auch auf authentische Proben an, das heißt auf
Blutproben, die einer Reihe von Zigaretten- und E-Zi-
garettenrauchern sowie Snus-Konsumenten entnommen
wurden.

Unterscheidung zwischen Genusskonsum und Doping möglich

Bei der Entwicklung habe man einen besonderen Wert
darauf gelegt, die Methode im „Hinblick auf Reprodu-

zierbarkeit und Beschleunigung des Arbeitsablaufes“ zu
optimieren, schreiben Thevis et al. [5]. Stellschrauben bil-
deten hierbei insbesondere die Desorption der DBS, die
Aufreinigung mittels SPE, der Lösemittelgradient sowie
die massenselektive Detektion.

Es sei ihnen gelungen, berichten die Wissenschaftler,
mittels der automatisierten DBS-Analyse alle Zielana-
lyten präzise, spezifisch und akkurat zu bestimmen. Die
Bestimmungsgrenze lag für alle genannten Verbindungen
bei 5 ng/mL. Aufgrund der erfolgreichen Analyse rea-
ler Blutproben von Rauchern, E-Zigaretten- und Snus-
Konsumenten sei die Anwendbarkeit ihrer Methode auf
Routine-Dopingkontrollen möglich. „Die Zielverbin-
dungen wurden allesamt in den Realproben gefunden“,
schreiben Thevis et al.

Überdies habe die statistische Evaluierung einen
signifikanten Unterschied zwischen der Nikotinaufnahme
über die Lunge (inhalativ) und die Mundschleimhaut
(bukkal) ergeben, und zwar anhand des Verhältnisses von
Nikotin und Nornikotin. Dies bedeute, schreiben Thevis
et al., dass sich auf Grundlage pharmakokinetischer Ei-
genschaften sowie der Kenntnis des Nikotinstoffwechsels
Rückschlüsse auf das Konsumverhalten ziehen ließen.

Quellen

- [1] www.daserste.de/information/reportage-dokumentation/dokus/videosextern/geheimsache-doping-wie-russland-seine-sieger-macht-102.html (22. 12. 2017)
- [2] www.dbs-npc.de/leistungssport-downloads.html?file=tl_files/dateien/leistungssport/anti-doping/Verbotsliste-2015-deutsch.pdf (22. 12. 2017)
- [3] www.sueddeutsche.de/sport/nikotin-missbrauch-im-sport-nachhilfe-mit-der-e-zigarette-1.1970094 (22. 12. 2017)
- [4] www.franken-wiki.de/index.php/Fritz_Sörgel (22. 12. 2017)
- [5] Laura Tretzel, Andreas Thomas, Thomas Piper, Mikael Hedeland, Hans Geyer, Wilhelm Schänzer, Mario Thevis, Fully automated determination of nicotine and its major metabolites in whole blood by means of a DBS online-SPE LC-HR-MS/MS approach for sports drug testing, *Journal of Pharmaceutical and Biomedical Analysis* 123 (2016) 132–140
- [6] www.laborpraxis.vogel.de/bioanalytik-pharmaanalytik/articles/510434 (22. 12. 2017)



Foto: istock / AlexPro9500

Lebensmittelanalytik

Raffiniertes Risiko

Bei der Raffination von Speiseölen können gesundheitlich bedenkliche Stoffe, hier namentlich 2-MCPD, 3-MCPD und Glycidyl-Fettsäureester, entstehen und das Produkt belasten. Ein automatisiertes GC/MS-Verfahren erlaubt eine hohe Effizienz bei der Bestimmung der Kontaminanten gemäß DGF C-VI 18 (10).

Von Guido Deußing

Nun hat auch die Europäische Behörde für Lebensmittelsicherheit (EFSA) das Gesundheitsrisiko von 3-Monochlorpropandiol (3-MCPD), 2-Monochlorpropandiol (2-MCPD), deren Fettsäureestern sowie von Glycidyl-Fettsäureestern bewertet [1]. Das Resultat basiert auf den Daten von 23 Mitgliedsstaaten [2, 3]:

„Prozesskontaminanten auf Basis von Glycerin (gemeint sind 3-MCPD, 2-MCPD, deren Fettsäureester sowie Glycidyl-Fettsäureester), die in Palmöl, aber auch anderen Pflanzenölen, Margarinen und einigen verarbeiteten Lebensmitteln enthalten sind, geben Anlass zu möglichen Gesundheitsbedenken in jüngeren Altersgruppen, die durchschnittliche Mengen Lebensmittel

verzehren, sowie für sämtliche Altersgruppen bei großen Verzehrsmengen.“ [4] Bereits im Jahr 2007 gelangte das Bundesinstitut für Risikobewertung (BfR) in Berlin zu einer ähnlichen Einschätzung [5].

Glycerin als Grundgerüst

In allen Fetten und Ölen ist Glycerin in Form von Fettsäureestern (Triglyceriden) enthalten. Weil nicht alle Öle nativ, also naturbelassen verzehrfähig und haltbar sind, werden sie raffiniert und von unliebsamen Begleitstoffen befreit. Im Kontext dieses Reinigungs- und Veredelungsprozesses wird das Öl im Schritt der Desodorierung mit

rund 200 bis 230 °C heißem Wasserdampf unter Vakuum behandelt, wobei unerwünschte geruchs- und geschmacksintensive sowie problematische flüchtige Verbindungen und Pestizidrückstände entfernt werden.

Gleichzeitig forciert die Wärmebehandlung (insbesondere in Anwesenheit von Chlorid) die Substitution eines Triglycerid-Fettsäurerests durch ein Chloratom unter Bildung von 2-MCPD-Fettsäureestern respektive 3-MCPD-Fettsäureestern. Aus 1,3-Diglyceriden entstehen unter diesen Bedingungen Glycidyl-Fettsäureester.

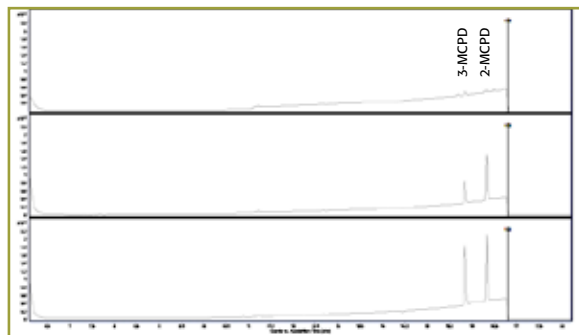
Gefahrenlage abgeschätzt

Die Einschätzung des Gefahrenpotenzials der in dieser Arbeit beschriebenen Glycerin-Derivate durch die EFSA basiert auf in Tierversuchen gewonnenen Erkenntnissen: Bei Ratten etwa, denen 3-MCPD verabreicht wurde, zeigten sich Zellveränderungen vor allem im Bereich der Nieren. Höhere Dosierungen hätten zur Ausprägung gutartiger Wucherungen (Tumoren) geführt, berichtet das BfR. Laut EFSA liegt die tolerierbare tägliche Aufnahmemenge (TDI-Wert) für 3-MCPD bei 0,8 Mikrogramm pro Kilogramm Körpergewicht. In Ermangelung hinreichender toxikologischer Informationen lasse sich für 2-MCPD kein gesicherter Wert angeben. Bei der Risikobewertung von Glycidyl-Fettsäureestern sei man davon ausgegangen, dass Glycidyl-Fettsäureester im Organismus vollständig in freies Glycidol umgewandelt werden. Da Glycidol bekanntermaßen genotoxisch und kanzerogen wirke, sei das Sachverständigengremium für Kontaminanten in der Lebensmittelkette (CONTAN) der EFSA nicht in der Lage gewesen, einen sicheren Wert für Glycidyl-Fettsäureester zu benennen [4].

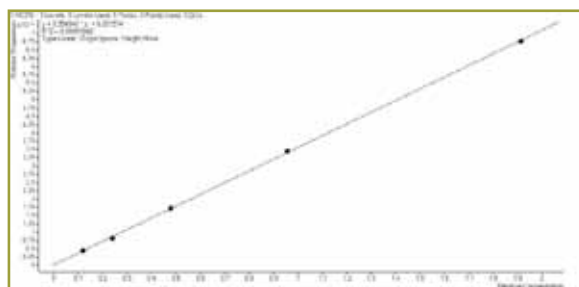
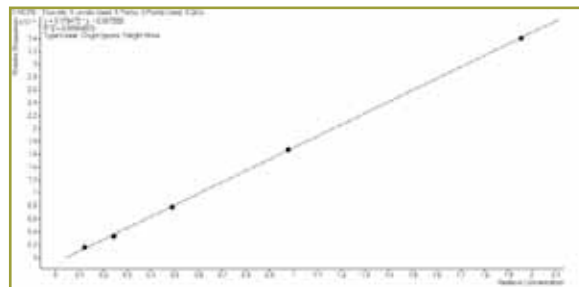
Folgerichtig besteht Handlungsbedarf, sind die Gehalte der Kontaminanten in Lebensmitteln zu minimieren, um einer Gesundheitsbeeinträchtigung der Verbraucher, insbesondere der von Säuglingen, die nicht gestillt, sondern mit industriell gefertigter Säuglingsmilchnahrung gefüttert werden, entgegenzuwirken. Dafür braucht es die Mittel der instrumentellen Analytik.

Eine Herausforderung für die Analytik

Für die Bestimmung von 2-MCPD, 3-MCPD, deren Fettsäuren sowie Glycidyl-Fettsäuren respektive Glycidol empfiehlt die Deutsche Gesellschaft für Fettwissenschaften (DGF) zwei



SIM-Chromatogramm (m/z 198): natives Olivenöl als Blindprobe (o.), (M.) Speiseöl [Assay B: 3-MCPD] und Speiseöl (u.) [Assay A: 3-MCPD und Glycidol]. (Quelle: GERSTEL)



Linearitätsstudie für 3-MCPD-Assay B (o.) und Glycidyl-Assay A (u.), jeweils 0,12-1,9 mg/kg. (Quelle: GERSTEL)

Einheitsmethoden, namentlich die DGF C-VI 17 (10), auch „Weißhaar-Methode“ genannt, und die „Kuhlmann-Methode“ DGF C-VI 18 (10); beide basieren auf der Gaschromatographie mit Massenspektrometrie (GC/MS) als Trenn- beziehungsweise Detektionsverfahren.

Die evaluierte DGF-Einheitsmethode C-VI 17 (10) beschreibt ein Verfahren zur Summenbestimmung von ester gebundenem 3-Chlorpropan-1,2-diol (3-MCPD-Ester) und Glycidol (Glycidylester) in Fetten und Ölen mittels Gaschromatographie/Massenspektrometrie (GC/MS) nach Spaltung der Ester mit methanolischer Natriumhydroxidlösung, Zugabe saurer Natriumchlorid-Lösung und Derivatisierung mit Phenylboronsäure. Unter den gegebenen Verfahrensbedingungen wird Glycidol nahezu vollständig in 3-MCPD umgewandelt und als solches bestimmt. Dieses Verfahren erlaubt es jedoch nicht zu ermitteln, welchen Anteil das aus Glycidol generierte 3-MCPD am Gesamtergebnis hat [6, 7].

Die DGF-Einheitsmethode C-VI 18 (10) bietet eine Lösung für dieses Problem. Sie beschreibt ein Verfahren zur Bestimmung von 3-MCPD-Fettsäureestern (gebundenes 3-MCPD), die zusammen mit eventuell ebenfalls auftretendem freiem 3-MCPD nach einer alkalisch katalysierten Esterspaltung und Derivatisierung als



GERSTEL-MPS für die automatisierte Probenvorbereitung von Speiseölen vor der GC/MS-Bestimmung von 2- und 3-MCPD sowie Glycidol.

Phenylboronsäurederivate des freien 3-MCPDs detektiert werden. Gleichzeitig dient die Methode der indirekten Bestimmung von Glycidylestern (gebundenem Glycidol) über ein Differenzverfahren [6, 7].

Bereits diese kurze Umschreibung offenbart den Mehrwert der DGF-Einheitsmethode C-VI 18 (10): Sie ermöglicht es, einen Rückschluss auf den tatsächlichen Glycidol-Anteil in der Probe zu ziehen. Sie vermittelt zudem eine Idee von dem Aufwand, der allein für die Überführung der Verbindungen in eine analysierbare Form betrieben werden muss, geht man von einer manuellen Vorgehensweise aus – einschließlich der Überführung der Fettsäureester in ihre freie Form sowie deren Extraktion und Derivatisierung. Ganz zu schweigen von der Analyse zweier erforderlicher Probenansätze zwecks Unterscheidung von 2-MCPD, 3-MCPD und Glycidol.

Mehr Effizienz und Sensitivität durch Automatisierung

Dem setzt GERSTEL als Experte für die automatisierte Probenvorbereitung und Probenaufgabe in der LC/MS und GC/MS nun eine integrierte vollautomatisierte und praxiserprobte Systemlösung entgegen. Die DGF C-VI 18 (10) wurde quasi eins zu eins auf einen Roboter übertragen.

„Ausgeführt wird die automatisierte Probenvorbereitung auf einem MultiPurposeSampler (GERSTEL-MPS) in der DualHead-Variante, sprich mit zwei unabhängig voneinander arbeitenden Armen, versehen mit unterschiedlich dimensionierten Spritzen, um ohne Spritzenwechsel einerseits große Flüssigkeitsmengen dosieren und schließlich eine kleine Probenmenge in das Analysensystem injizieren zu können“, beschreibt Dominik Lucas, ehemals Mitglied im GERSTEL-Applikationsteam und inzwischen Vertriebsbeauftragter des Unternehmens. Obendrein lassen sich für die Methode wichtige Schritte wie das Liquid-Handling, einschließlich Flüssig-Flüssigextraktion, Einengen der Extrakte und Wiederaufnahme der Rückstände mit GC-kompatiblen Lösemitteln, und die Derivatisierung der Analyten vollständig automatisieren und effizient in die Methode integrieren (siehe rechts oben).

Abschließend injiziert der MPS-Autosampler die Probe in das GC/MS-System, das hernach überaus erfreuliche Resultate liefert, berichtet Dominik Lucas: „Die mit der beschriebenen Methode erzielten Analyseergebnisse zeigen eine gute Übereinstimmung mit Referenzanalysen unabhängiger Laboratorien. Die relativen Standardabweichungen für Wiederholungsanalysen lagen bei fünf Prozent für 3-MCPD und 6,4 Prozent für Glycidol über das komplette Verfahren.“

Was den Einsatz der beschriebenen Systemlösung für die Bestimmung von 2-MCPD, 3-MCPD, deren Fettsäureestern und Glycidyl-Fettsäureestern beziehungsweise Glycidol betrifft: „Da die Methode einen Anreicherungs-schritt durch Eindampfen beinhaltet, lässt sich je nach Art des Öls bereits mit konventionellen Sin-

MANUELL

- 100 mg Probe in ein Vial einwiegen
- zweites Vial mit Natriumsulfat als Trockenmittel befüllen (Trockenvial)

GERSTEL-MPS

- Zugabe von MTBE zur Probe
- Zugabe von ISTD-Lösung und Mischen
- Zugabe von MeOH/NaOH-Lösung
- Schütteln und Inkubieren
- Zugabe von NaCl-Lösung (Ansatz A) bzw. NaBr-Lösung (Ansatz B)
- Zugabe von n-Hexan
- Schütteln und Inkubieren
- Hexanphase verwerfen
- Extraktion der Matrix mit n-Hexan zweimal wiederholen
- mehrmalige Extraktion der Analyten mit MTBE/Ethylacetat 3:2 (v/v) und Transfer der organischen Phasen in das Trockenvial
- Zugabe von Phenylboronsäure-Lösung
- Eindampfen und Derivatisierung im ^mVAP (40 °C, 400 mBar)
- Aufnahme des Derivates in Isooctan

Darstellung der manuell erforderlichen und der vom GERSTEL-MultiPurposeSampler (MPS) automatisiert umgesetzten Schritte der DGF-Einheitsmethode C-VI 18 (10) zur Bestimmung von unter anderem 2-MCPD und 3-MCPD. Am Ende der oben beschriebenen Prozedur erfolgt – je nach Gerätekonfiguration – die Aufgabe der Probe in das GC/MS-System.

gle-Quadrupol-Massenspektrometern eine ausreichende Sensitivität und Stabilität erzielen“, hebt Dominik Lucas hervor, da im Zuge des Eindampfens auch das Derivatisierungsreagenz entfernt wird.

Quellen

- [1] www.efsa.europa.eu/de/efsajournal/pub/4426 (16. 12. 2017)
- [2] www.bfr.bund.de/cm/343/3-mcpd-fettsaeureester-in-lebensmitteln.pdf (16. 12. 2017)
- [3] www.bfr.bund.de/de/fragen_und_antworten_zur_kontamination_von_lebensmitteln_mit_3_mcpd__2_mcpd__und_glycidyl_fettsaeureestern-10538.html (16. 12. 2017)
- [4] www.efsa.europa.eu/de/press/news/160503a (16. 12. 2017)
- [5] www.bfr.bund.de/cm/343/saeuglingsanfangs_und_folgenaeuierung_kann_gesundheitlich_bedenkliche_3_mcpd_fettsaeureester_enthalten.pdf (17. 12. 2017)
- [6] www.dgfett.de/methods/hinweise.pdf (17. 12. 2017)
- [7] Jan Kuhlmann, Determination of bound 2,3-epoxy-1-propanol (glycidol) and bound monochloropropanediol (MCPD) in refined oils, European Journal of Lipid Science and Technology 113 (2011) 335-344, <http://onlinelibrary.wiley.com/doi/10.1002/ejlt.201000313/full>



Lebensmittelanalytik

Das Kreuz mit dem Kraut

Pflanzliche Lebens- und Futtermittel können natürlicherweise toxische Pyrrolizidinalkaloide (PA) enthalten. Experten empfehlen daher, agrarbasierte Rohstoffe vor der Verarbeitung sowie Lebens- und Futtermittel hinreichend auf eine Kontamination mit PA zu kontrollieren. Die Methode der Wahl ist die LC/MS-Analyse nach vorangegangener Festphasenextraktion (SPE).

Von Guido Deußing

Auf Viehweiden und Feldern gedeiht nicht nur gesundes Grün, sondern dort finden sich auch Wildkräuter, die Land- und Pferdewirten ein Dorn im Auge sind. Unter anderem handelt es sich dabei um das sogenannte Jakobs-Greiskraut, auch Jakobs-Kreuzkraut genannt, ein in den gemäßigten Zonen Europas weitverbreitetes Rucola-ähnliches Gewächs, das zum Ärger beiträgt. Im Gegensatz zu Rucola ist Jakobs-Greiskraut alles andere als bekömmlich, im Gegenteil. Jakobs-Greiskraut sowie artverwandte Spezies enthalten giftige Pyrrolizidinalkaloide (PA), die von der Pflanze gebildet werden, um sich unter anderem gegen Fressfeinde zur Wehr zu setzen. Auch für den Menschen droht Gefahr: PA sind natürliche Toxine und besitzen eine leberschädigende, manche auch eine genotoxisch-karzinogene Wirkung. Die Aufnahme bereits geringer Mengen PA kann zu einer schleichenden Vergiftung führen, was bei Pferden und Rindern beobachtet wird. Eine PA-Vergiftung kann zu schwerwiegenden Erkrankungen führen, mitunter auch zum Tod.

Kontaminationen feststellen

Bedenklich ist, dass Jakobs-Greiskraut unter anderem in handelsüblichen Tees, etwa in Fenchel-, Kamillen-, Kräuter-, Pfefferminz-, Brennessel- und Melissentee festgestellt wurde. Nach einer Einschätzung schlussfolgert das Bundesinstitut für Risikobewertung (BfR) in Berlin, die in den Lebensmitteln (Kräutertees, Rooibostee, schwarzem und grünem Tee sowie Honig) vorkommenden PA-Mengen seien für Kinder und Erwachsene bei längerer (chronischer) Aufnahme gesundheitlich bedenklich [1]. Und es sei Aufgabe der Lebensmittelunternehmen, konstatiert das BfR, Maßnahmen zu ergreifen, um die Belastung von Lebensmitteln mit PA zu senken.

Wie groß die Herausforderung ist, die es hierbei zu meistern gilt, macht folgende Betrachtung deutlich: Insgesamt gibt es mehr als 6.000 Pflanzenspezies, die PA produzieren, das sind drei Prozent der weltweiten Blühpflanzen, rechnet Dr. Birgit Christall vom Bund

für Lebensmittelrecht und Lebensmittelkunde vor [3]. Bekannt sind und in mehr als 350 Pflanzen weltweit nachgewiesen wurden mehr als 600 verschiedene PA-Verbindungen und deren N-Oxide, berichtet das BfR. Die große Verbreitung von PA-Pflanzen weltweit lasse mutmaßen, gab Dr. Birgit Christall auf dem 16. BfR-Forum Verbraucherschutz im Dezember 2015 zu bedenken, dass es bei genauer Betrachtung keinen hundertprozentigen Schutz von Mensch und Tier vor PA gebe.

Diese Sicht mag ein Hinweis darauf sein, warum bislang keine gesetzlich vorgeschriebenen Bestimmungs- oder Grenzwerte für Pyrrolizidinalkaloide in Futter- und Lebensmitteln existieren, allenfalls Empfehlungen beziehungsweise ein „Code of Practice“ [4] der Kommission des „Codex Alimentarius“ [2] bezüglich der Handhabung sowie der Freisetzung und Verbreitung PA-haltiger Pflanzen. Die Europäische Behörde für Lebensmittelsicherheit (EFSA) sieht derzeit keine Möglichkeit, eine tolerierbare tägliche Aufnahmemenge (TDI-Wert) festzulegen.

Für das BfR gilt dem Grunde nach eine Nulltoleranzgrenze, die einzuhalten unter den gegebenen Umständen jedoch unrealistisch erscheint. Getreu dem Motto, „allein die Dosis macht das Gift“, rät Dr. Birgit Christall, die PA-Gehalte in Lebens- und Futtermitteln so niedrig wie möglich zu halten. Dies zu überwachen, erfordert eine wirksame, hochempfindliche, durchsatzstarke Analytik.

Wirksamer Verbraucherschutz

Die Analyse landwirtschaftlicher Erzeugnisse einschließlich Futter- und Lebensmitteln auf das Vorhandensein kritischer PA ist alles andere als leicht, schlussfolgert das BfR [1]: Alkaloide stellen aufgrund ihrer großen strukturellen Vielfalt und ihres Vorkommens in unterschiedlichen Lebensmitteln eine besondere Herausforderung dar. In den letzten Jahren hat das BfR nach eigenen Angaben spezifische Nachweismethoden entwickelt und in Ringversuchen validiert. Diese Methoden ließen sich in der Lebens- und Futtermittelüberwachung der Länder sowie der Industrie einsetzen. Derzeit stehe allerdings nur eine begrenzte Anzahl der vorkommenden PA als Referenzstandard zur Verfügung, sodass im BfR zusätzliche Analysenverfahren entwickelt wurden, um den gesamten PA-Gehalt abschätzen zu können.

Für die Bestimmung von PA in Pflanzenmaterial empfiehlt das BfR eine LC-MS/MS-Methode nach vorangegangener Anreicherung der Analyten mittels Festphasenextraktion (SPE) [5]:

Die PA werden aus dem Pflanzenmaterial mit schwefelsaurem Wasser unter Verwendung eines Ultraschallbads zweifach extrahiert. Anschließend werden die Proben zentrifugiert und ein Aliquot des Überstands wird zur Festphasenextraktion (SPE) unter Verwendung von C18-Materialien eingesetzt. Nach der methanolischen Elution der PA wird das Eluat bis zur Trockne eingedampft und der Rückstand in einem Methanol-Wasser-Gemisch aufgenommen. Im Anschluss daran erfolgen

die chromatographische Trennung und die Detektion mittels Massenspektrometrie. [1]

Automatisierung schafft Mehrwert

Ein Auftragslabor, das sich auf die Analyse von Lebens- und Futtermitteln spezialisiert hat, ist auf eine effiziente Bearbeitung der Proben angewiesen. Das gilt auch in Bezug auf den Nachweis von PA. „Hierin liegt allerdings das Manko der BfR-Methode, nämlich der hohe Arbeits- und Zeitaufwand insbesondere für die Probenvorbereitung“, sagt Franziska Chmelka, diplomierte Lebensmitteltechnologin und Geschäftsführerin der TeLA GmbH. Die TeLA ist ein akkreditiertes, auf die Analyse von Lebensmitteln und Umweltproben spezialisiertes Auftragslabor. Um die Produktivität bei der Analytik zu steigern, hat die TeLA die BfR-Methode automatisiert.

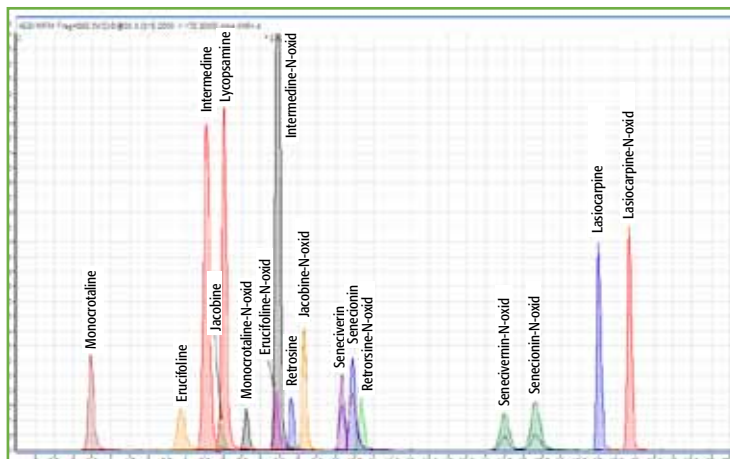
Fokus auf eingesetzter Analystechnik

Für die Probenvorbereitung für die PA-Analyse nutzen Franziska Chmelka und Kollegen den MultiPurpose-Sampler (GERSTEL-MPS). Einen zentralen Punkt bildet hierbei die automatisierte SPE in Verbindung mit einem LC-MS/MS-System von Agilent Technologies (1290er HPLC mit 6495 Triple-Quadrupol). Die Trennung der Analyten erfolgt auf einer Standard-RP-Phase (Nucleodur C18 HTec 250 x 2 mm x 5 µm, Macherey-Nagel) unter Verwendung eines Eluentengradienten, bestehend aus 5 mM Ameisensäure (Eluent A) und Me-



Für die Bestimmung der Pyrrolizidinalkaloide wurde eine Gerätekombination, bestehend aus einem MultiPurposeSampler (GERSTEL-MPS), konfiguriert für die automatisierte Ausführung der SPE, in Verbindung mit einem LC-MS/MS-System von Agilent Technologies (1290er HPLC mit 6495 Triple-Quadrupol), verwendet.

thanol (Eluent B): 0 min (5 % B) – 3 min (5 % B) – 7 min (20 % B) – 13 min (20 % B) – 16 min (65 % B) – 17 min (95 % B) – 20,1 min (5 % B). Die Flussrate beträgt 0,25 mL/min, die Säulentemperatur 28 °C. Injiziert werden 5 µL des Eluats. Die Analyten werden im Multiple Reaction Monitoring (MRM, ESI positiv) gezielt detektiert. Für die Methodenentwicklung verwenden sie eine wässrige Standardlösung, die 17 verschiedene, in der BfR-Methode genannte PA enthält: Monocrotalin, Erucifolin, Intermedin, Jacobin, Lycopsamin, Monocro-



Die Analyse der Standardmischung der untersuchten Pyrrolizidinalkaloide erbrachte ein in jeder Hinsicht sauberes Chromatogramm mit gut aufgelösten Signalen. Eine gute Trennung und Auflösung der einzelnen Substanzen ist äußerst wichtig, weil viele sehr ähnliche Massenübergänge besitzen und somit eine Differenzierung der verschiedenen PA nur über Retentionszeiten möglich ist. (Quelle: TeLA GmbH)

taline-N-oxid, Eucifolin-N-oxid, Intermedin-N-oxid, Retrorsin, Jacobin-N-oxid, Senecivernin, Senecionin, Retrorsin-N-oxid, Senecivernin-N-oxid, Senecionin-N-oxid, Lasiocarpin und Lasiocarpin-N-oxid.

Automatisierte SPE als Schlüssel

„Unser Augenmerk bei der Methodenentwicklung lag auf der Automatisierung des zeit- und arbeitsintensivsten Arbeitsschritts, sprich der Festphasenextraktion (SPE)“, berichtet Franziska Chmelka. Nach der erforderlichen Experimentierphase legten sich die Applikationsexperten der TeLA auf ein geeignetes C18-RP-Material als Sorbens fest (Macherey-Nagel C18 ec 3 mL/500 mg). Sämtliche SPE-Schritte ließen sich im Zuge ihrer Methodenentwicklung erfolgreich automatisieren: die Kon-

ditionierung des Sorbens mit 5 mL Methanol und 5 mL Wasser, die Aufgabe von 5 mL Probe auf das Sorbens sowie die Elution der Analyten mit 5 mL Methanol. „Es ist uns ebenfalls gelungen“, berichtet Dr. Norbert Helle, geschäftsführender Gesellschafter der TeLA und ausgewiesener LC/MS-Experte, „das Eindampfen des Eluates, die Wiederauf-

nahme des Rückstands in 1 mL zehnprozentigem Methanol sowie die Injektion von 5 µL des resultierenden Extrakts in das LC-MS/MS-System zu automatisieren.“

Die Analyse der Standardmischung habe ein in jeder Hinsicht sauberes Chromatogramm mit gut aufgelösten Signalen ergeben. Franziska Chmelka: „Eine gute Trennung und Auflösung der einzelnen Substanzen ist äußerst wichtig, weil viele Analyten ähnliche Massen-

übergänge besitzen und somit eine Differenzierung der verschiedenen PA über Retentionszeiten notwendig ist.“

Anschließend stellten die TeLA-Applikationsexperten die Funktionstauglichkeit von Gerät und Methode auf den Prüfstand, indem sie reale Proben, sprich die Blätter von Jakobs-Greiskraut, analysierten.

Hierbei zeigte sich, „sämtliche statistisch relevanten Parameter sprachen für die hohe Güte unserer automatisierten SPE-LC-MS/MS-Methode“, sagt Franziska Chmelka und berichtet weiter: „Die Linearität ist über einen weiten Kalibrationsbereich bis herunter auf 1 ng/mL hervorragend. Gleiches gilt für die Wiederfindung, die von Analyt zu Analyt zwischen 85 und 98 Prozent variiert. Die Reproduzierbarkeit der Methode – einschließlich Probenvorbereitung und Messung – zeigt eine analytabhängige Schwankungsbreite zwischen 1,3 und 4,8 Prozent. Besonders wichtig war uns, dass die Retentionszeiten stabil sind und lediglich zwischen 0,063 und 0,35 Prozent über einen Messzeitraum von mehreren Tagen schwanken. Erreichen lassen sich Bestimmungsgrenzen zwischen 0,5 und 0,05 µg/kg.“

In einem weiteren Arbeitsschritt gingen Franziska Chmelka und Kollegen der Frage nach, wie viele PA letztendlich tatsächlich in den Tee übergehen. Zu diesem Zweck versetzten sie Kamillentee mit unterschiedlichen Mengen Jakobs-Greiskraut; dessen Anteil betrug 10,1 respektive 0,1 Gewichtsprozent gegenüber dem Kamillentee. Über das Resultat der Messung sagt Franziska Chmelka: „Bereits eine Dreingabe von 0,1 Prozent genügt, um PA im Tee in signifikanter Menge nachzuweisen.“

Was am Ende zu sagen übrig bleibt

Alle von ihnen durchgeführten Untersuchungen bestätigten die hohe Güte und Praxistauglichkeit ihrer automatisierten SPE-LC-MS/MS-Methode zum Nachweis von PA aus Lebens- und Futtermittelmatrices sowie aus anderen pflanzlichen Rohstoffen, berichtet die Lebensmitteltechnologin. Und mit Blick in die Zukunft sagt Franziska Chmelka, dass es darauf ankomme, die Zahl der untersuchten PA-Verbindungen zu erweitern sowie den Versuch zu unternehmen, die Empfindlichkeit der Messung weiter zu verbessern. In ihrer jetzigen Ausführung liefere ihre Methode allerdings bereits überaus zufriedenstellende Resultate, unterstreicht Franziska Chmelka.

Quellen

- [1] www.bfr.bund.de/cm/343/fragen-und-antworten-zu-pyrrolizidinalkaloiden-in-lebensmitteln.pdf (22. 12. 2017)
- [2] de.wikipedia.org/wiki/Codex_Alimentarius (22. 12. 2017)
- [3] www.bfr.bund.de/cm/343/pyrrolizidinalkaloide-in-lebensmitteln-aktivitaeten-des-bll-und-positionen-der-lebensmittelwirtschaft.pdf (22. 12. 2017)
- [4] ehpta.eu/pdf/cop-revision-20090245.pdf
- [5] www.bfr.bund.de/cm/343/bestimmung-von-pyrrolizidinalkaloiden.pdf (22. 12. 2017)

Foto: TeLA



Kamillentee (links), versetzt mit 0,1 % Jakobs-Kreuzkraut (rechts).



GERSTEL feiert das 50. Firmenjubiläum

Im Oktober 2017 feierte GERSTEL das 50. Firmenjubiläum gemeinsam mit Mitarbeiterinnen und Mitarbeitern aus dem In- und Ausland sowie Gästen aus Politik, Industrie, Wirtschaft und Wissenschaft. Das mittelständische familiengeführte Unternehmen ist ein führender Anbieter von Geräten und Systemen für die instrumentelle chemische Analytik. Gegründet wurde GERSTEL 1967 von dem Feinmechanikermeister und Erfinder Eberhard Gerstel (1927-2004) in einer Doppelgarage in der Talstraße in Mülheim an der Ruhr.

Das Jahr 2017 stand für GERSTEL ganz im Zeichen des 50. Firmenjubiläums. Um dieses große Ereignis gebührend zu feiern, hatte sich das international tätige mittelständische, in zweiter Generation geführte Familienunternehmen einiges einfallen lassen.

Mehr über die Geschichte des Unternehmens erfahren Sie im Internet unter www.gerstel.de

Das Highlight bildete unzweifelhaft die Jubiläumsgala am 6. Oktober 2017, zu der GERSTEL Gäste

aus dem In- und Ausland in die Stadthalle in Mülheim an der Ruhr eingeladen hatte. Im weiteren Verlauf dieses Beitrags wird davon ausführlich die Rede sein. Das Organisationsteam hatte sich überdies weitere Höhepunkte einfallen lassen, unter anderem wurden Anwenderseminare im In- und Ausland durchgeführt. Auf Seite 25 berichten wir über das am 5. und 6. Oktober 2017 in Mülheim an der Ruhr ausgerichtete Anwenderseminar.

Tag der offenen Tür

Besonderen Zuspruch erfuhr zum Beispiel auch der Tag der offenen Tür, den das Unternehmen im Juli 2017 unter großer öffentlicher Teilnahme durchgeführt hat. GERSTEL informierte die zahlreichen Interessierten, die sich am Eberhard-Gerstel-Platz eingefunden hatten, unter

anderem über die Arbeitsbereiche und Berufsgruppen im Unternehmen. Vorge stellt wurde in Theorie und Praxis, wie die Geräte und Systeme des Unternehmens entwickelt, hergestellt, vertrieben und im Analysenlabor eingesetzt werden.

Unterschiedlichste Berufsgruppen

Zur Bewältigung seiner Aufgaben beschäftigt GERSTEL unterschiedliche Berufsgruppen, darunter Chemiker, Ingenieure, Mechatroniker, Feinwerkmechaniker, Software-, IT-, Vertriebs- und Marketingexperten sowie Büro- und Industriekaufleute. Rund 120 Mitarbeiterinnen und Mitarbeiter zählt GERSTEL am Stammsitz des Unternehmens am Eberhard-Gerstel-Platz 1 in Mülheim an der Ruhr, weitere 80 im In- und Ausland.

GERSTEL besitzt Firmen in den USA, Japan, Singapur, Brasilien und der Schweiz. Darüber hinaus ist das Unternehmen durch



Impressionen vom Tag der offenen Tür bei GERSTEL im Juli 2017.

Impression von der Gala der GERSTEL GmbH & Co. KG anlässlich des 50. Firmenjubiläums.



Thea Gerstel, die Ehefrau des 2004 verstorbenen Firmengründers, wird auf der Gala gebührend begrüßt und gefeiert.



Patrick Kaltenbach (r.) von Agilent Technologies überreicht Eberhard G. Gerstel eine Ehrung zum 50. Firmenjubiläum.

Partnerfirmen in rund 80 Ländern der Erde vertreten. Rundgänge durch den Betrieb boten den Besuchern einen Blick hinter die Kulissen des Unternehmens. Sie hatten die Chance, Aufbau und Arbeitsweisen der verschiedenen Abteilungen kennenzulernen. Die Produktion und das Lagerwesen stellten sich ebenso den Fragen der Besucher wie die Mitarbeiter in den chemisch-analytischen Laboratorien des Unternehmens sowie in Vertrieb und Marketing. Gezeigt, vorgestellt und erläutert wurden zudem die Produkte des Unternehmens und deren Anwendung. Der Tag der offenen Tür diente einerseits dazu, Transparenz zu schaffen, andererseits sollten auch junge Menschen für die Ausbildung zum Feinwerkmechaniker interessiert werden. GERSTEL ist eines der wenigen Unternehmen

in der Ruhr-Region, das in diesem Beruf ausgebildet.

Jubiläumsgala und Anwenderseminar

Am 6. Oktober 2017 fand schließlich die große Jubiläumsgala in der Stadthalle in Mülheim an der Ruhr statt. Mitarbeiterinnen und Mitarbeiter der Tochter- und Schwesterunternehmen von GERSTEL



Internationale Partner von GERSTEL übermitteln ihre Glückwünsche zum 50. Firmenjubiläum per Videobotschaft.

aus den USA, Japan, Singapur und der Schweiz waren nach Deutschland gereist, um das große Ereignis gemeinsam mit Weggefährten des Unternehmens, langjährigen Kunden und Partnern sowie den deutschen Kolleginnen und Kollegen zu feiern. Insgesamt nahmen 350 Gäste aus dem In- und Ausland an der Gala teil.

Die Festivitäten starteten indes bereits tags zuvor. Mehr als 160 Anwender von GERSTEL-Geräten und -Systemen aus Deutschland, Österreich und der Schweiz trafen sich am Stammsitz des Unternehmens in Mülheim an der Ruhr zu einem zweitägigen, von GERSTEL ausgerichteten Seminar, um sich über ihre Erfahrungen im Umgang mit und beim Einsatz von GERSTEL-Technologie in der Praxis auszutauschen (Seite 25).

Während auf dem Anwenderseminar das Teilen von Know-how und Wissen sowie der Erfahrungsaustausch



Die Enkel werden staunen: Thea Gerstel trifft auf „Wissen macht Ah!“-Moderator Ralph Caspers, der durch die Gala führte.

Ulrich Scholten, Oberbürgermeister von Mülheim an der Ruhr, betont bei seinem Grußwort auf der Gala zum 50. Firmenjubiläum von GERSTEL u. a. seine Freude über die Verbundenheit des Unternehmens mit der Ruhr-Region und der Stadt Mülheim an der Ruhr.



Professor
Thomas A. Lange



Professor
Pat Sandra



Dr. Beat Lüthi



Peter Tenbrink

im Mittelpunkt standen, bot die Jubiläumsgala den passenden Rahmen für ein herzliches Dankeschön an alle Mitarbeiterinnen und Mitarbeiter sowie an langjährige Kunden, Partner, Freunde und Wegbegleiter des Unternehmens u. a. in Form einer kulinarischen Reise durch 50 Jahre deutscher Zeitgeschichte sowie guter Unterhaltung.

Namhafte Persönlichkeiten richten Grußworte

Grußworte wurden an das Unternehmen gerichtet, unter anderem von **Ulrich Scholten**, Oberbürgermeister von Mülheim an der Ruhr, der GERSTEL als internationales „Aushängeschild für die Stadt“ und als Vorbild für andere Unternehmen bezeichnete.

Prof. Dr. Thomas A. Lange, Vorstandsvorsitzender der Nationalbank Essen, attestierte GERSTEL, basierend auf den Erfahrungen der Vergangenheit und Gegenwart, wirtschaftlich von bester Gesundheit zu sein und gut gerüstet für künftige Herausforderungen.

Einen ähnlichen Klang hatten die Ausführungen von **Prof. Dr. Pat Sandra**, dem Gründer des Research Institute for Chromatography in Belgien, der bereits eine enge wissenschaftliche wie auch freundschaftliche Verbundenheit mit dem Unternehmensgründer Eberhard Gerstel senior (1927–2004) pflegte.

Mit **Peter Tenbrink** von Eurofins in Hamburg brachte ein langjähriger Kunde des Unternehmens nicht nur die positiven Seiten der GERSTEL-Technologie zum Klingen, überdies lobte er vor allem auch den persönlichen Einsatz, den die „GERSTELaner“ im Interesse der Kunden zeigten und durch den sie die Zufriedenheit auf allen Seiten förderten.

Dr. Beat Lüthi, Mitinhaber von CTC Analytics aus der Schweiz, ein wichtiger Kooperationspartner von GERSTEL, betonte die inspirierende Zusammenarbeit beider Unternehmen bei der Entwicklung von Roboter- und Automatisierungstechnik.

Patrick Kaltenbach, Senior Vice President von Agilent Technologies, einem der weltweit führenden Hersteller von Analysengeräten sowie GERSTEL-Partner seit 1986, unterstrich die Bedeutung der seit mehr als drei



Moderator der GERSTEL-Gala: Ralph Caspers



„Die Physikanten“ Thomas Müller (l.) und Sascha Schiffbauer (r.) binden Holger Gerstel (M.) in ein Experiment zur angewandten Elektrostatik ein.

Jahrzehnten bestehenden engen Zusammenarbeit mit GERSTEL. Als Ausdruck seiner Verbundenheit überreichte Patrick Kaltenbach der GERSTEL-Geschäftsführung eine Urkunde.

Unterhaltsames Rahmenprogramm

Den darstellerischen Höhepunkt des Abends gestalteten „Die Physikanten“, die im Saal und auf der Bühne ein begeistertes Publikum mit spektakulären Experimenten und verblüffenden naturwissenschaftlichen Effekten zu beeindrucken wussten. Die Band „RedPack“ aus Würzburg und die Gruppe „Atlas“ aus Mülheim an der Ruhr kreierten den musikalischen Rahmen. Zum Gelingen des Abends trug **Ralph Caspers** bei, der mit unvergleichlichem Charme und Witz das Publikum in seinen Bann zog und gekonnt durch den Abend führte. Ralph Caspers genießt als Moderator populärer Wissenschaftsformate im deutschen Fernsehen wie „Wissen macht Ah!“ oder „Quarks & Caspers“ hierzulande eine große Bekanntheit und Beliebtheit.

Noch bevor die Gala ihren offiziellen Höhepunkt erreichte, nutzten die GERSTEL-Geschäftsführer die



Die Geschichte des Unternehmens in Bildern fand großes Interesse bei den Gästen.

GERSTEL im Film

GERSTEL ist ein international führender Anbieter von Hightech-Produkten und Systemlösungen für die instrumentelle chemische Analytik. Das Hauptaugenmerk des Unternehmens liegt auf den Trenntechniken, namentlich der Gas- und Flüssigchromatographie, sowie dem Bereich Automatisierungstechnik und dem Einsatz von Robotern für die Probenvorbereitung und Probenaufgabe.

Wie das Unternehmen funktioniert und arbeitet, sehen Sie in unserem Filmbeitrag unter <http://bit.ly/2hlu9sx>.



Foto: istock / adventr



Gelegenheit, um Ehrungen für langjährige Mitarbeiter und besonderes Engagement auszusprechen. Blumen aus der Hand ihrer Söhne erhielt Thea Gerstel, die Ehefrau



Impression von der Gala der GERSTEL GmbH & Co. KG anlässlich des 50. Firmenjubiläums. In der Rotunde der Stadthalle beleuchteten eine Bilderstrecke und Exponate die Geschichte des Unternehmens.

des Firmengründers, die auch in ihrem 86. Lebensjahr beherzt die Entwicklung des Unternehmens verfolgt.

„Wir haben uns lange auf diesen großen Abend vorbereitet“, sagt Holger Gerstel, „und sind glücklich, sagen zu können: Er war ein voller Erfolg.“ Das Wissen um die eigenen Fähigkeiten und die vielen positiven Impressionen des Abends lassen ihn zuversichtlich in die Zukunft des Unternehmens blicken. Die instrumentelle Analytik, fügt Ralf Bremer hinzu, sei ein wichtiger Eckstein in allen Bereichen des modernen Lebens – daran werde sich so schnell nichts ändern. „Dank unserer langjährigen Erfahrung und Innovationskraft werden wir unsere Technologie auch künftig erfolgreich weiterentwickeln und den Anwendern im Labor interessante Analysenlösungen anbieten können. Wir sind bestens für die Herausforderungen der Zukunft gerüstet“, prognostiziert Eberhard G. Gerstel.



Anwenderseminar 2017

Gelungener Jubiläumsauftakt

Mit einem zweitägigen Anwenderseminar in Mülheim an der Ruhr hat GERSTEL am 5./6. Oktober 2017 die Feierlichkeiten zum 50. Firmenjubiläum eröffnet – mit überwältigendem Erfolg, wie die 160 Seminarteilnehmer bestätigten. Durch das Anwenderseminar führten GERSTEL-Vertriebsleiter Michael Gröger und sein Stellvertreter Jan Garbe-Immel.

Anders als in den Jahren zuvor hatte sich das Management von GERSTEL dazu entschlossen, anlässlich des 50. Firmenjubiläums anstelle einer Seminartour durch Deutschland, Österreich und die Schweiz ein zweitägiges Anwenderseminar unmittelbar am Hauptsitz des Unternehmens durchzuführen, um Kunden und Partnern ein ganzheitliches Erlebnis zu vermitteln, das auch Aktivitäten am Stammsitz des Unternehmens miteinbezog.

Los ging es am 5. Oktober mit GERSTEL-Geschäftsführer **Ralf Bremer**, der die 160 Seminarteilnehmer/innen in seinem Vortrag auf eine kurzweilige Reise durch die 50-jährige Entwicklungsgeschichte des Unternehmens mitnahm.

Anschließend übernahm **Dr. Andreas Thomas** von der Deutschen Sporthochschule Köln das Mikrofon. Sein Thema, die „Automatisierung in der Dopinganalytik von Dried Blood Spots“ (DBS) unter Einsatz des GERSTEL-DBS-Autosamplers, stieß auf großes Interesse.

Sandra Hirsch und **Andreas Köhler** stellten überzeugend vor, wie innovativ man bei Dow in Stade „Hygieneanalysen mittels Thermodesorptions-GC-FID/MSD“ im industriellen Maßstab durchführt.

Katharina Heitz von der Wessling GmbH in Altenberge richtete ihren Fokus auf den „GERSTEL-MPS für Direktinjektion und die SPE-Online-Anreicherung“ und stellte in diesem Kontext als praktisches Beispiel eine Methode zur Bestimmung von Pestiziden mittels LC-MS/MS vor.

Die „Bestimmung des Begasungsmittels Phosphin (PH_3) in Lebensmitteln mittels Headspace-GC“ war das Thema von **Erika Caspart** vom Chemischen und Veterinäruntersuchungsamt in Fellbach, die „Aromaverdünnung (ADA) mithilfe des GERSTEL-Twisters (SBSE) und anschließender Thermodesorption“ jenes von **Dr. Marco A. Fraatz** von der Justus-Liebig-Universität in Gießen.

Der zweite Seminartag startete am Morgen des 6. Oktober mit einer Tasse Kaffee und der Rückbesinnung auf das „Cometogether“, mit dem der erste Seminartag einen ebenso vergnüglichen wie interessanten Abschluss gefunden hatte.

Den Auftakt machte **Prof. Mark Bücking** vom Fraunhofer Institut für Umwelt- und Lebensmittelanalytik in Schmallenberg, der das Publikum über die „Qualitätskontrolle von grünem Tee mittels verschiedener Extraktions- und Injektionstechniken“ informierte. **Birgit Kohlenberg** berichtete anschließend über den „Einsatz von DHS und DHS-Large im Bereich der Aromanalytik“ bei der Symrise AG in Holzminden.

Nach einer kurzen Kaffeepause beschrieb **Dr. Ulrike Braun** von der Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung in Berlin, wie sich Mikroplastikpartikel mittels TED-GC/MS in Umweltpollen schnell und sicher nachweisen lassen. Die „Untersuchung des Einflusses von Extraktionsmethoden und chemischen Modifikationen auf die Lignin-Zusammensetzung“ war das Thema von **Dr. Klaus Rischka** vom Fraunhofer-Institut für Fertigungstechnik und Angewandte Materialforschung.

Ansgar Ruthenschrör erhellte in seinem Vortrag, wie effizient und sicher man bei Eurofins in Hamburg 3-MCPD in Lebensmittel nachweist und welche gewichtige Rolle der GERSTEL-MPS bei der automatisierten Probenvorbereitung spielt.

Mit einem ähnlich klingenden Thema, „Automatisierte Probenvorbereitung in der LC/MS-Analytik“, leitete **Franziska Chmelka** von der TeLA GmbH, einem Auftragslabor in Geestland bei Bremerhaven, in die Schlussphase des Anwenderseminars über. Bei der abschließenden Diskussion brachten Seminarteilnehmer wie auch Referenten zum Ausdruck, wie wichtig ihnen der Austausch untereinander und der fachübergreifende Diskurs seien. Für GERSTEL-Vertriebsleiter **Michael Gröger** stehe außer Frage, auch künftig Seminare (sowie Schulungen und Workshops) durchzuführen, um Anwendern eine geeignete Plattform zu bieten, auf der man sich austauschen und voneinander lernen könne. Für 2019 sei daher die nächste Anwenderseminar-Tour in der Planung.



Jan Garbe-Immel



Michael Gröger



Zum Filmbericht über das GERSTEL-Anwenderseminar am 5./6. 10. 2017. Link zum Beitrag: <http://bit.ly/2iYCbIX>

Toxikologisches Fachsimpeln

In den zurückliegenden Jahren hat GERSTEL in enger Zusammenarbeit mit Anwendern aus der forensisch-toxikologischen Praxis viel Zeit und Energie in die Entwicklung innovativer Lösungen zur automatisierten Bestimmung von Drogen und deren Metaboliten in Urin, Blut oder Haar investiert – mit großem Erfolg. Das Wissen darum wurde am 8. November 2017 geteilt: Auf einem Forensik-Workshop, den GERSTEL gemeinsam mit Macherey-Nagel und Experten aus der Rechtsmedizin durchgeführt hat, lernten rund 20 Teilnehmer Methoden und Analysetechniken kennen. Durch den Workshop führten die GERSTEL-Applikationsexperten Dr. Oliver Lerch und Thomas Albinus.

Die Teilnehmer/innen des Workshops waren alles, nur keine unbeschriebenen Blätter, sie alle sind sehr erfahren in der forensisch-toxikologischen Praxis. Da der Mensch bekanntlich jedoch nie auslernt, bot der Forensik-Workshop am 8. November 2017 – eine Gemeinschaftsaktion von Macherey-Nagel und GERSTEL – am Stammsitz von GERSTEL in Mülheim an der Ruhr auch „alten Hasen“ manch neue Erkenntnis und obendrein die Chance auf einen Fachdiskurs unter Gleichgesinnten.

Den Auftakt machte **Dr. Gerd Barbenheim** von Macherey-Nagel, der einen detaillierten Überblick über forensisch-toxikologisch relevante Phasen für die Festphasenextraktion (SPE) lieferte. **Sonja Remacle** vom Institut für Rechtsmedizin der Universität Gießen erläuterte ihren Modus der automatisierten „Probenvorbereitung und Probenaufgabe für die forensisch-toxikologische Analyse“ zwecks Bestimmung von Cannabinoiden in Haaren und Serum mittels Flüssig-Flüssigextraktion sowie der Bestimmung von Begleitalkoholen mittels Headspace-GC/MS.

Dr. Angela Gasse, ehemals Institut für Rechtsmedizin der Universität Münster, schlug thematisch in eine ähnliche Kerbe und berichtete in ihrem Vortrag über die „Verbesserte Extraktion von Cannabinoiden aus Serum und Plasma mittels einer SPE-Mischphase“. Die „Automatisierte Aufarbeitung von



Thomas Albinus



Dr. Oliver Lerch

Urinproben zur THC-COOH-Bestimmung“ beleuchtete **Dr. Jörg Hermeling** von der TÜV Süd Elab GmbH in Siegen.

Tobias Kieliba vom Institut für Rechtsmedizin am Universitätsklinikum Köln berichtete über eine umfassend automatisierte Probenvorbereitung mittels Festphasenextraktion (SPE), unter anderem zur Bestimmung von THC-COOH in Haaren, bei der Vakuumkammern keine Rolle mehr spielen. Dem folgte im Programm **Dr. Oliver Lerch**, der „Neues zur automatisierten Probenvorbereitung für die LC/MS“ zum Besten gab.

Nach einem Imbiss folgte der praktische Teil des Workshops: Mit Unterstützung des GERSTEL-Applikations- und Schulungsteams hatten die Workshop-Organisatoren an drei Stationen praktische Geräte- und Systemvorführungen vorbereitet. Im Fokus stand die „Automatisierte Dried-Blood-Spot-Analyse“, die „Automatisierte SPE mit Eindampfstation“ sowie die Automatisierung der Proteinfällung auf dem GERSTEL-MultiPurposeSampler (MPS) unter Einsatz der integrierten Arbeitsschritte Schütteln, Zentrifugieren und Filtrieren. Ein Rundgang durchs Unternehmen bildete den krönen-

den Abschluss des Workshops, der, so die einhellige Meinung, absehbar eine Fortsetzung finden wird.



Teilnehmerkreis des Forensik-Workshops, von GERSTEL in Kooperation mit Macherey-Nagel am Stammsitz von GERSTEL ausgerichtet.



GERSTEL auf der „analytica 2018“ in München

Die Gala zum 50. Firmenjubiläum liegt erst wenige Wochen zurück, schon laufen bei GERSTEL die Vorbereitungen für das nächste Veranstaltungshighlight: die „analytica 2018“, die internationale Leitmesse für Labortechnik, Analytik und Biotechnologie. In der Zeit vom 10. bis 13. April 2018 ist GERSTEL für Sie auf dem Gelände der Messe München und präsentiert Ihnen in der Halle A1, Stand 321, interessante Produkt- und Systemneuheiten für die automatisierte Probenvorbereitung und Probenaufgabe in der GC/MS und LC/MS. Überdies erfahren Sie aus erster Hand alles über die applikationsorientierten Komplettlösungen des Unternehmens. Auf der „analytica“ haben Sie zudem die Möglichkeit, unmittelbar mit Ihrem GERSTEL-Ansprechpartner in Kontakt zu treten und obendrein auch mit den Hardware- und Software-Experten aus der Entwicklungs- und Applikationsabteilung des Unternehmens über Lösungen für Ihre applikationspezifischen Herausforderungen zu sprechen. In der GERSTEL Aktuell 54 geben wir Ihnen einen Überblick, was Sie am GERSTEL-Messestand erwarten dürfen.

Zu Besuch im Labor von Dow Chemicals in Stade

GERSTEL Aktuell hat sich wieder einmal auf den Weg gemacht und Anwendern der GERSTEL-Technologie über die Schulter geschaut. Zum Beispiel waren wir im Ecology Lab von Dow in Stade, um zu erfahren, auf welche ausgefeilte professionelle und effiziente Art und Weise man dort insbesondere die Thermodesorptionslösungen von GERSTEL für Arbeitsplatz- und Hygienemessungen nutzt.



Effizienter Nachweis von Fipronil mittels GC/MS oder LC/MS

Will man überprüfen, ob ein Lebensmittel den Anforderungen des Verbraucherschutzes genügt, braucht es eine wirksame Analytik, mit der sich relevante Analyten empfindlich, richtig und reproduzierbar bestimmen lassen. Wie wichtig die Analytik für den Verbraucherschutz ist, zeigt einmal mehr der Lebensmittelskandal um den illegalen Einsatz des Insektizids Fipronil in Geflügelbetrieben. Er macht deutlich, dass Vertrauen zwar gut, analytische Kontrolle aber immer besser ist. Wir stellen Ihnen eine effizient automatisierte Methode zum Nachweis von Fipronil vor.



Formaldehyd- und andere VOC-Emissionen im Blick

Um frühzeitig festzustellen, ob für den Innenraum bestimmte Werk- und Baustoffe frei von üblen und ungesunden Ausgasungen sind, ist eine produktionsnahe effiziente Screening-Methode sinnvoll und nützlich. Die Lösung könnte im Einsatz einer mikroskalierten Emissionskammermethode liegen. In der GERSTEL Aktuell 54 stellen wir Ihnen eine Methode vor, die bestens geeignet ist zum Screening von VOC und Formaldehyd in Holz- und anderen Werkstoffen in der Fertigungs- und Qualitätskontrolle.



Herausgeber

GERSTEL GmbH & Co. KG
Eberhard-Gerstel-Platz 1 · 45473 Mülheim an der Ruhr
www.gerstel.de

Konzeption und Redaktion

Redaktionsbüro GDeußing
Guido Deußing (GD)
www.presetextkom.de

Wissenschaftlicher Beirat

Dr. Eike Kleine-Benne
eike_kleine-benne@gerstel.de
Dr. Oliver Lerch
oliver_lerch@gerstel.de
Dr. Malte Reimold
malte_reimold@gerstel.de

Leserservice

Andrea Hamm
aktuell@gerstel.de

Grafische Umsetzung

Stefan Paura · Visuelle Kommunikation
www.paura.de

ISSN 1618-5900 · 01/2018



DIALOGPOST

Ein Service der Deutschen Post

ALLEMAGNE

Port payé

e-Newsletter



Immer bestens informiert

Abonnieren Sie unseren elektronischen Newsletter! Mit dem GERSTEL-e-Newsletter informieren wir Sie regelmäßig über unsere technischen und applikativen Neuheiten, Veranstaltungen und Schulungstermine – einfach per E-Mail. Selbstverständlich garantieren wir Ihnen die Sicherheit Ihrer Daten gemäß Datenschutzgesetz und natürlich geben wir sie auch nicht an Dritte weiter. Wie Sie unseren elektronischen Newsletter abonnieren? Anmeldung unter www.gerstel.de



Im Internet

GERSTEL online: Hinweise zu Produkten, Terminen, Veranstaltungen und Applikationen sowie weitreichende Informationen über das Unternehmen und seine kundenorientierten Lösungen finden Sie im Internet unter www.gerstel.de. Dort finden Sie unter anderem auch die vorliegende GERSTEL Aktuell 53 sowie die PDF-Dateien vieler weiterer Schriften des Unternehmens zum Herunterladen.



Sollten Sie Fragen zu einem der Beiträge in dieser 53. Ausgabe der GERSTEL Aktuell haben oder ergänzende Informationen wünschen, freuen wir uns auf Ihre E-Mail an aktuell@gerstel.de. Umfangreiches Informationsmaterial über die Produkte und Systemlösungen des Unternehmens finden Sie wie gewohnt im Internet unter www.gerstel.de.

www.gerstel.de

GERSTEL

GLOBAL ANALYTICAL SOLUTIONS

GERSTEL, Inc., USA
+1 410 - 247 5885
sales@gerstel.us.com

GERSTEL BRASIL
+55 11 5665 8931
gerstel_brasil@gerstel.com

GERSTEL GmbH & Co. KG,
Deutschland
+49 208 - 7 65 03-0
gerstel@gerstel.de

GERSTEL AG, Schweiz
+41 41 - 9 21 97 23
gerstelag@ch.gerstel.com

GERSTEL K.K., Japan
+81 3 57 31 53 21
info@gerstel.co.jp

GERSTEL LLP, Singapur
+65 6779 0933
sea@gerstel.com

