



LEBENSMITTELSICHERHEIT

**MOSH/MOAH-ANALYSE EFFIZIENT AUTOMATISIERT**

# Tauchen Sie virtuell ein in die reale GERSTEL-Welt

„Einen Vorsprung im Leben hat, wer da anpackt, wo die anderen erst einmal reden.“ Getreu dem Motto des ehemaligen US-Präsidenten John F. Kennedy haben wir die Vertagung der diesjährigen „analytica“ in München zum Anlass genommen, ein eigenes virtuelles Schaufenster einzurichten, das Ihnen einen ganz besonders plastischen Blick auf unsere Technologie, unsere Geräte und Systeme erlaubt. Die Installation im virtuellen Raum kommt uns und Ihnen zugute, vor allem jetzt, da die „analytica 2020“ wegen „Corona“ und den Auswirkungen der Pandemie gänzlich abgesagt wurde.

Anwenderinnen und Anwender, die unsere Technologie bereits kennen und nutzen, werden rasch auf interessante Innovationen und Neuheiten stoßen. Wem der Name GERSTEL noch nicht so geläufig ist, erhält im Nu eine gute Vorstellung davon, was wir Ih-



Foto: Heide Wippemann

Die Geschäftsleitung der GERSTEL GmbH & Co. KG:  
v.l.: Eberhard G. Gerstel, Holger Gerstel, Ralf Bremer

nen und der Analytik-Branche zu bieten haben. Per Mausklick betreten Sie online unseren dreidimensionalen Messestand, erhalten Sie wertvolle und nützliche Informationen in Form von erklärenden Texten, Bildern und Videosequenzen. Auf diese Weise erschließen Sie sich die GERSTEL-Welt in

großer Tiefe bequem vom Schreibtisch aus.

Sollten Sie im Anschluss Fragen haben oder an einem Kontakt interessiert sein, stehen Ihnen unsere Fachleute gerne persönlich zur Verfügung. Schreiben Sie uns Ihr Anliegen per E-Mail an [info@gerstel.de](mailto:info@gerstel.de) oder nutzen Sie das auf unserer Homepage hinterlegte digitale Kontaktformular: Das Stichwort lautet „Virtuelle Messe“. Unsere Experten setzen sich schnellstmöglich mit Ihnen in Verbindung.

Also, was können wir für Sie tun?

Link zur virtuellen GERSTEL-Ausstellung  
[www.gerstel.de](http://www.gerstel.de)

## INHALT

LEBENSMITTELANALYTIK   <b>ACHTUNG, ANTIBIOTIKA IN EI!</b>	3
PROBENVORBEREITUNG   <b>AUTOMATISIEREN – ABER RICHTIG!</b>	6
UMWELTANALYTIK   <b>MIKROPLASTIK ZU WASSER, ZU LANDE UND IN DER LUFT</b>	10
MATERIALANALYSE   <b>VERPACKUNGEN IM QUALITÄTSCHECK</b>	13
AUTOMATISIERTE DRIED-BLOOD-SPOT-ANALYSE (DBS)   <b>DEN INFORMATIONSGEHALT WENIGER BLUTSTROPFEN EFFIZIENT AUSLESEN</b>	16
LÖSUNGEN FÜR DIE THERMODESORPTION   <b>UMFASSEND UND FLEXIBEL ANALYSIEREN</b>	18
LEBENSMITTELSICHERHEIT   <b>MOSH/MOAH-ANALYSE EFFIZIENT AUTOMATISIERTE</b>	22
STIR BAR SORPTIVE EXTRACTION (SBSE)   <b>EXTRAKTION MIT SCHWUNG</b>	26
OLFACTORY DATA INTERPRETER (ODI)   <b>GC/O-DATEN BEWERTEN LEICHT GEMACHT</b>	29
<b>NEWS</b>	8, 9, 17, 20, 21, 30
<b>STELLENANZEIGE</b>	31
<b>IMPRESSUM UND WEITERE HINWEISE</b>	32



## LEBENSMITTELANALYSE

# ACHTUNG, ANTIBIOTIKA IN EI!

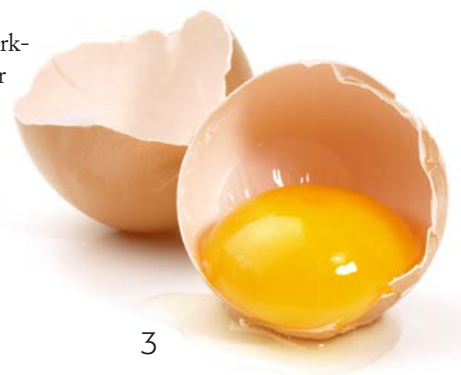
Für den Nachweis von Antibiotikawirkstoffen in der Matrix Ei ist die LC-MS/MS prädestiniert. US-amerikanische Applikationsexperten haben sich eine gängige manuelle Analysenmethode zur Brust genommen und vollständig automatisiert.

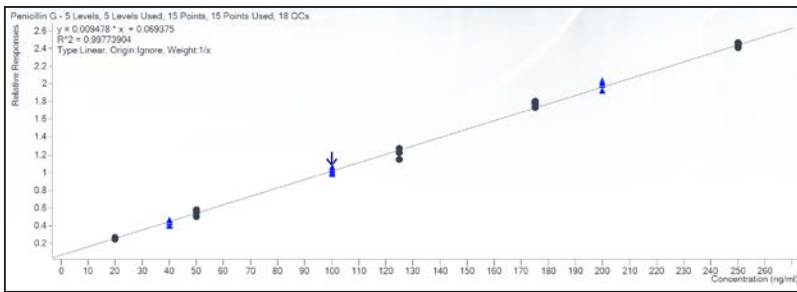
Text: Cuidido Deulüfing; Foto: istock / ancoay (S. 3), istock / pagadesign (S. 1, Titel)

**S**ich mit Salmonellen zu infizieren, ist eine der Sorgen, die sich Verbraucher beim Verzehr von Eiern und Eierspeisen machen könnten. Infektionen kommen vor, allerdings eher selten. Ein weniger offensichtliches, dafür aber nicht zu unterschätzendes Gesundheitsrisiko zeichnet sich für den Liebhaber von Eierspeisen an anderer Stelle ab: Es geht um den Einsatz von Antibiotika in Hühnerställen. Die Verabreichung der Medikation erfolgt mit dem Ziel, Schadkeime zu bekämpfen und den Ausbruch von Epidemien zu verhindern. Dass so etwas im Tierreich

geschieht, also die seuchenartige Ausbreitung von Infektionskrankheiten, unterstreichen Bezeichnungen wie „Schweinepest“, „Rinderpest“ oder „Vogelgrippe“. Die Ausbreitung von Krankheitserregern wird durch Massentierhaltung begünstigt.

Der Einsatz von Antibiotikawirkstoffen im Hühnerstall, die, lapidar gesagt, im Gießkannenprinzip ausgebracht werden, birgt die Gefahr, dass Arzneimittelrückstände letztlich nicht nur äußerlich der Ei-





Kalibrationsgerade für Penicillin G.  
(Abbildung: GERSTEL)

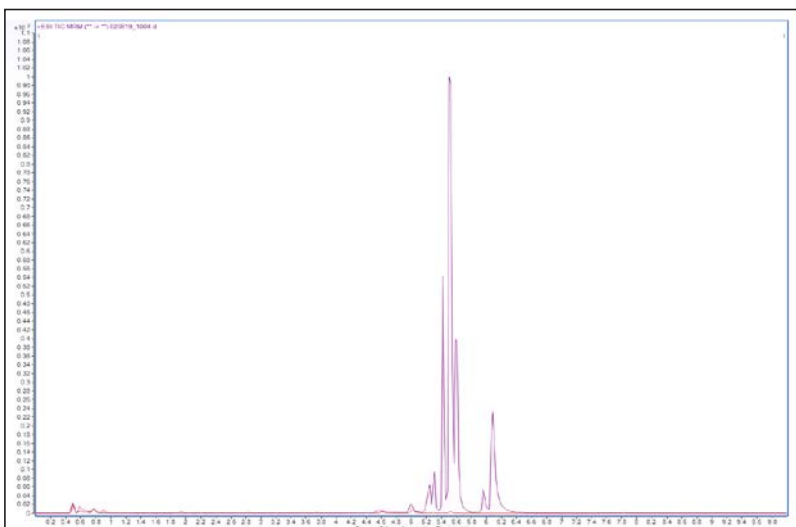
schale anhaften, sondern ebenso auch in das Innere des Eis gelangen können, indem sie von der Henne über den Atemweg und den Verdauungstrakt aufgenommen werden. Um die Verbraucher vor dem Konsum kontaminierter Eier und folglich vor Gesundheitsbelastungen zu bewahren, die sich als Allergien oder in der Entwicklung von Resistenzen gegenüber bestimmten Antibiotikawirkstoffen darstellen können, sind Eier auf Arzneimittelrückstände hin zu untersuchen.

### Manuell ist effektiv, aber ...

Klingt einfach, ist es aber nicht, was mit der Probenmatrix zusammenhängt: Eier enthalten Lecithin, Phospholipide und Fette, und damit Stoffe, die den Nachweis von Antibiotika erschweren. Um Arzneimittelrückstände sicher qualifizieren und quantifizieren zu können, sind die Analyten möglichst *in toto* von der Matrix abzutrennen beziehungsweise umgekehrt. Die Unterschiedlichkeit der verschiedenen Matrixbestandteile bedingt einen nicht unerheblichen Aufwand an Probenvorbereitung, die Extraktionsschritte einschließt, die sich, so man sie von Hand ausführt, mehr oder minder arbeits- und zeitintensiv gestalten.

Mit dem Ziel einer erhöhten Effizienz beim Nachweis von Antibiotikawirkstoffen in der Matrix

Überlagernde Massenchromatogramme des Monitorings der Phospholipide in der Probe: Mit Oasis PRIME HLB SPE-Aufreinigung (rot) und ohne (violett).  
(Abbildung: GERSTEL)



Ei hat der Applikationsexperte Fred D. Foster gemeinsam mit Kollegen von der in Baltimore/USA ansässigen Unternehmenstochter GERSTEL Inc. eine bestehende, einfache und gleichsam effektive, wohl aber manuelle Analysenmethode für den LC-MS/MS-Nachweis von Antibiotika [1] mittels eines leistungsstarken Autosamplers erfolgreich automatisiert. Über das Resultat ihrer Methodenentwicklung, die unter anderem einen hohen Probendurchsatz zum Ziel hatte, berichteten Foster et al. auf der Pittsburgh Conference im März 2019 in Philadelphia/USA.

### ... Automatisierung fördert Effizienz

Will man die Konzentration der Analyten in der Eiprobe genau bestimmen, ist eine umfangreiche Probenvorbereitung erforderlich, die also mehrere Extraktions- und Aufreinigungsschritte beinhaltet: Im Anschluss an eine Flüssig-Flüssig-Extraktion etwa sei eine Festphasenextraktion notwendig, „um signifikante Mengen jener potenziell störenden Phospholipide zu entfernen, von denen bekannt ist, dass sie zusammen mit den antibiotischen Verbindungen extrahiert werden“, berichten Foster et al.

Die Applikationsexperten machten sich daran, eine bestehende Methode [1] möglichst eins zu eins auf einen geeigneten Autosampler zu übertragen, namentlich einen GERSTEL-MultiPurposeSampler (MPS robotic pro), der unter anderem sowohl für die Flüssig-Flüssig-Extraktion (LLE) mit einer Mischstation (GERSTEL-QuickMix), einer CF-200 Zentrifuge und einer Universal-Filtrationseinheit ausgestattet sowie für die Festphasenextraktion (SPE) konfiguriert war.

Nach Abschluss der Probenvorbereitung injiziert der MPS ein Aliquot der gereinigten Probe auf das gekoppelte LC-MS/MS-System. Im vorliegenden Fall handelte es sich um eine Agilent 1260 HPLC-Pumpe mit einer Waters Acquity UHPLC BEH C18 (2,1 x 100 mm, 1,7 µm) sowie ein Agilent Ultivo Triple Quadrupole Massenspektrometer (QQQ-MS) mit Jet-Stream-Elektrosprayquelle.

### Von der Theorie in die Praxis

Nach Abschluss einer hinreichend umfangreichen Entwicklungsphase gelang Foster et al. die vollständige Automatisierung der Referenzmethode [2]. Ihre Wirksamkeit belegten die US-amerikanischen Applikationsexperten, indem Sie eine Auswahl verschiedener Antibiotikawirkstoffe sicher und sensitiv nachwies. Hierbei handelte es sich um Amprolium, Chlortetracyclin, Erythromycin, Penicillin G und



Verwendeter MPS-robotic-pro-Autosampler ausgestattet mit GERSTEL-QuickMix, CF-200 Zentrifuge, SPE- und Filtrations-einheit für die umfangreiche Vorbereitung von Eiprobe n zwecks Bestimmung von Antibiotikarückständen. (Foto: GERSTEL)

Tylosin, die zum Teil nicht allein in der Veterinär-, sondern auch in der Humanmedizin zum Einsatz kommen. d5-Penicillin G wurde als interner Standard zur Qualitätssicherung der Methode verwendet, Kalibrationsstandards wurden mit Bio-Eiextrakten hergestellt. Und so gestaltet sich die Analyse-methode von Foster et al. beim automatisierten Nachweis genannter Antibiotikawirkstoffe in Ei:

Die Eiprobe n werden von Hand homogenisiert, alsdann werden 2 Gramm des resultierenden Homogenates in ein sauberes 10-mL-Vial mit Schraubverschluss pipettiert und mit 10 Mikrolitern ( $\mu\text{L}$ ) des internen Arbeitsstandards versetzt. Die Vials werden verschlossen und auf dem Autosampler in Position gebracht. Alle weiteren Schritte der Probenvorbereitung verlaufen automatisiert: Der MPS pipettiert 8 Milliliter einer Acetonitril-Wasser-Lösung (80:20) zur Eiprobe. Anschließend überführt der Sampler das Probenvial zur QuickMix-Station, auf der die Durchmischung der Probe bei Raumtemperatur für die Dauer von 2,5 Minuten bei 2000 U/min erfolgt. Der Autosampler setzt die Vials danach in die Zentrifuge, entnimmt sie nach 10 Minuten Behandlung bei 2000 g und zieht aus dem Überstand 2 Milliliter, um diese der Festphasenextraktion über Umkehrphasen zuzuführen.

## Homogene Extrakte fundieren Erfolg

Zuvor hat der MPS das Sorbens der kommerziell erhältlichen RP-Kartuschen (Oasis PRIME HLB) mit 2 Millilitern der Acetonitril-Wasser-Lösung konditioniert. 250  $\mu\text{L}$  des resultierenden und gefilterten Extraktes werden in ein sauberes Probenvial überführt und mit einer wässrigen 5 mM Ammoniumacetat-Lösung (750  $\mu\text{L}$ ) versetzt. Die Durchmischung erfolgt vor der Probenaufgabe in das HPLC-System in der Spritze, die mit einem Lösungsmittelgradienten (Ameisensäure/Acetonitril; 0,4 mL/min; 30 °C) be-

trieben wird. Die Detektion erfolgt mittels Elektrosprayionisation im Positivmodus.

Foster et al. ist es gelungen, mit ihrer automatisierten LLE-SPE-LC-MS/MS-Methode antibiotische Verbindungen in Eiprobe n mit Erfolg zu extrahieren und zu bestimmen. Ob eine Methode zufriedenstellende Resultate liefert, hängt von unterschiedlichsten Faktoren ab. Die vollständige Durchmischung einer Eiprobe etwa während der Extraktion, wie die Forscher sie erreicht hätten, sei wichtig für die Maximierung des Transfers der antibiotischen Rückstände aus der viskosen Eimatrix in die Extraktionslösung, sind Foster et al. überzeugt.

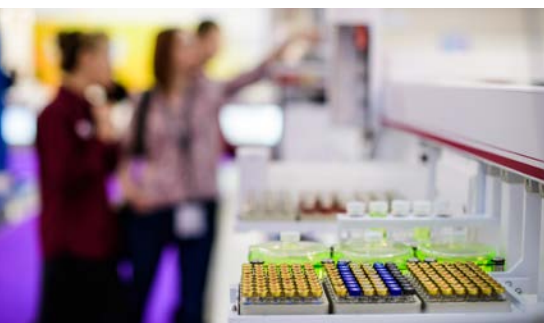
Für die Effizienz der Methode spielen zudem der Faktor Zeit eine wichtige Rolle, in der die Durchmischung der Probe erfolgt: „Durch den Einsatz des GERSTEL-QuickMix konnten wir ein Höchstmaß an Homogenität innerhalb von 2,5 Minuten erreichen, was einem Zeitgewinn von 27,5 Minuten gegenüber der Referenzmethode ausmacht“, berichten die Applikationsexperten. Zudem sei es ihnen mittels Oasis-PRIME-HLB-SPE-Kartuschen gelungen, die störenden Lipide und Phospholipide aus den Eiextrakten zu entfernen. Die Präzision und Richtigkeit der Methode sei für alle analysierten Antibiotikawirkstoffe bestimmt worden, und zwar unter Verwendung von QC-Proben bei hohen, mittleren und niedrigen Konzentrationen. Laut Foster et al. habe die Richtigkeit zwischen 94,6 und 115 Prozent gelegen; die Präzision wurde von ihnen mit einer durchschnittlichen relativen Standardabweichung (RSD) von 3,9 Prozent angegeben. Regressionsanalysen für alle mit dieser Methode analysierten antibiotischen Substanzen hätten  $R^2$ -Werte von 0,99 oder darüber ergeben.

## REFERENZEN

- [1] Simple and Effective Cleanup for UPLC-MS/MS Determination of Veterinary Drug Residues in Egg, Waters Application Note (2018), <http://bit.ly/39ehEIO>
- [2] Fred D. Foster, John R. Stuff, Laurel A. Vernarelli und Jacqueline A. Whitecavage, Completely Automated Extraction and Analysis of Antibiotics in Eggs using a New Robotic Autosampler and LC-MS/MS Platform, Poster-Präsentation während der Pittsburgh Conference im März 2019 in Philadelphia/USA

## PROBENVORBEREITUNG

# AUTOMATISIEREN – ABER RICHTIG!



Die Automatisierung zentraler Analyseprozesse und -routinen, insbesondere im Rahmen der Probenvorbereitung, steigert die Produktivität und Leistung Ihrer Analytik. Mit der MPS-Robotic-Serie von GERSTEL holen Sie sich für GC- und LC-Anwendungen und darüber hinaus eine leistungsstarke, zukunftsorientierte Technologie ins Labor.

**D**er GERSTEL-MultiPurposeSampler (MPS) erfüllt alle Aufgaben der Probenvorbereitung und Probenaufgabe in der GC/MS und LC/MS mustergültig. Der Autosampler lässt sich ebenso als unabhängige Workstation erfolgreich einsetzen und individuell (modular) dimensionieren und instrumentieren. Der MPS kommt sowohl in der täglichen Laborroutine wie auch in Forschungs- und Entwicklungsprojekten erfolgreich zur Anwendung. Der MPS ist nicht zuletzt integraler Bestandteil einer großen Bandbreite applikationsspezifischer Analysenlösungen, etwa ...

- **Lebensmittelanalytik:** 3-Monochlorpropandiol und Glycidol in Fetten und Ölen; MOSH/MOAH in Lebensmitteln; PAKs in Ölen; Glyphosat und AMPA in Getreide und anderen Lebensmitteln; Mycotoxine in Lebens- und Futtermitteln; Aufreinigung von QuEChERS-Extrakten; Fettsäuren in Lebensmitteln; Antibiotika in Ei und anderen Lebensmitteln; Acrylamid in Kaffee
- **Umweltanalytik:** Perfluorierte Tenside und Kontaminationen gemäß EU-Wasserrahmenrichtlinie (EU-WRRL) in Oberflächenwasser; Glyphosat und AMPA in Wasser; PCBs in Altölen
- **Forensische Toxikologie:** THC sowie weitere Cannabinoide und deren Metabolite in Haaren, Serum und Urin; Drogenrückstände in Speichel; Opioide in Serum, Urin und Gewebe; Arzneimittel und Metabolite mittels DBS-Analyse (Dried-Blood-Spots); Phosphatidylethanole (PEth) in DBS
- **Metabolomics:** Extraktion von Pflanzenmetaboliten; Derivatisierung von Metaboliten; Lipid Extraktion und Fraktionierung
- **Qualitätskontrolle:** Lösungsmittelreste in Pharmazeutika und Verpackungen; Phthalate in Verbraucherprodukten; PAK in Teer- und Pechprodukten; freies und Gesamtglycerin in Biodiesel etc.

Der MPS automatisiert einfache bis hochkomplexe Probenvorbereitungsprozeduren, einschließlich zum

Beispiel Flüssig-Flüssig- oder Flüssig-Fest-Extraktionen, Festphasenextraktionen (SPE), Verdünnungen, Derivatisierungen, Ansetzen von Standardlösungen usw. Die täglichen Herausforderungen im Labor lassen sich mit dieser „Lab-on-a-Rail“-Technologie unter Einsatz des MPS hervorragend meistern.

Der MPS lässt sich mithilfe verschiedenster Module allen applikativen Anforderungen anpassen und liefert dabei höchste Qualität von Tag zu Tag. Der Anwender wird von manueller Arbeit wie Pipettieren oder zeitintensiven Schritten wie dem Eindampfen oder Zentrifugieren von Proben entlastet und erhält damit Freiraum, etwa für die Auswertung von Chromatogrammen oder Methodenentwicklungen. Der MPS übernimmt die Routinen zuverlässig und sicher. Die integrierte MAESTRO-Softwaresteuerung sorgt für den reibungslosen Arbeitsablauf. Sofern es die Anwendung erlaubt, lassen sich Probenvorberei-



tung und Analyse zeitlich verschachteln. Der Einsatz des MPS macht die Analytik nicht per se schneller, wohl aber die Laborarbeit effizienter und produktiver. Arbeitsabläufe lassen sich etwa über Nacht oder am Wochenende unbeobachtet vom Personal erledigen, das zudem weniger in Kontakt kommt mit toxischen Lösungsmitteln: Manuelle Handgriffe sind die Ausnahme, und alle Arbeitsschritte werden in der Regel in geschlossenen Gefäßen durchgeführt.

Text: Guido Deußing, Foto: GERSTEL / Sebastian Widmann (5)



**Der MPS erfolgreich im Einsatz**

Wann lohnt der Einsatz des MPS für die Probenvorbereitung? Grundsätzlich immer dann, wenn manuelle Arbeit belastet und das Laborpersonal bei der Erledigung der zunehmenden Anzahl an Proben nicht mehr nachkommt. Es gibt Paradebeispiele, die zeigen, was der MPS und die damit kombinierte GERSTEL-Technologie zu leisten in der Lage ist, etwa im Zuge einer komplexen mehrstufigen Extraktion mit einem realen manuellen Durchsatz von nur 8 Proben pro Tag. Der manuelle Workflow ist kompliziert, extrem unbeliebt beim Personal, erfordert weitgehendes Training und volle Konzentration, um keine Fehler zu machen und den Überblick zu behalten. In diesem Fall drängt sich eine Automatisierung mit dem MPS geradezu auf: Es lassen sich tagtäglich



rund um die Uhr signifikant mehr Proben erledigen und das Personal wird nachhaltig entlastet. Bei der in Norddeutschland ansässigen Firma „Schülke und Mayr“ beispielsweise führte die Einführung des MPS zur Vermeidung von Nachtschichtarbeit im Labor, weil auch Wägeschritte im Zuge der automatisierten Probenvorbereitung möglich sind (siehe dazu GERSTEL Aktuell 49 (2019) 14-17).

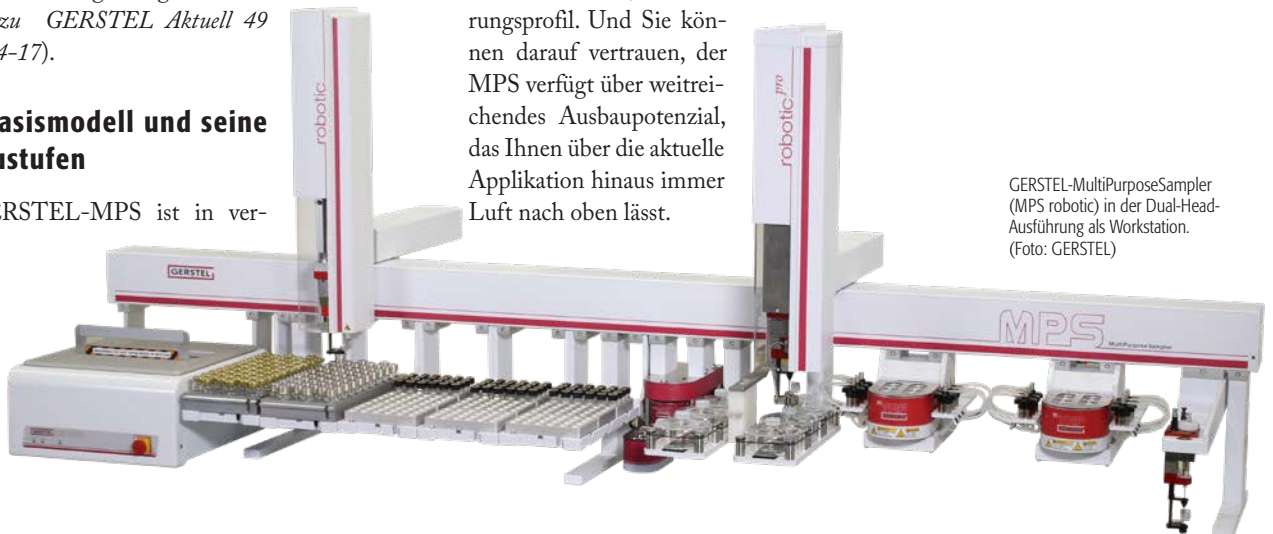
**MPS-Basismodell und seine Ausbaustufen**

Der GERSTEL-MPS ist in ver-

schiedenen Ausbaustufen erhältlich. Mit dem Basismodell lassen sich Probengrößen von wenigen µL bis 100 mL Volumen handhaben, die auf passgenauen, auch temperierbaren und vor Licht geschützten Racks auf dem Sampler Platz finden. Entsprechend arbeitet der MPS mit Spritzen von 1 µL bis 10 mL Volumen, wobei die jeweiligen Spritzenmodule automatisch wechselbar sind, was wiederum für maximale Flexibilität in der Anwendung sorgt. Der MPS verfügt über Lösungsmittelvorräte (im Milliliter bis Litermaßstab) und Zapfstationen, um lange Probensequenzen unterbrechungsfrei durchführen zu können.

Wenn der Laboralltag es erfordert, lässt sich der MPS um hilfreiche und nützliche Module erweitern. Ziel ist es, alle erforderlichen Arbeitsschritte der Probenvorbereitung auch komplexester Natur einschließlich Injektion der Probe in das jeweilige Analysensystem, in der Regel ein LC/MS- oder GC/MS-System, vollständig zu automatisieren. Der MPS transferiert Flüssigkeiten, entfernt Schraubkappen und setzt sie wieder auf. Der Sampler schüttelt, beheizt und kühlt die Proben, zentrifugiert sie oder behandelt sie im Ultraschallbad. Der MPS führt Festphasenextraktionen über standardisierte SPE-Kartuschen aus, ebenso die µSPE sowie die online an ein LC-System gekoppelte SPE. Das System fügt Standards hinzu, dampft ein, wiegt, filtriert über Einwegspritzenfilter, liest und speichert Barcodes.

**Fazit:** Der GERSTEL-MultiPurposeSampler (MPS) ist ein vielseitiges System für die automatisierte Probenvorbereitung und Probenaufgabe, das sich optional allen Erfordernissen anpassen lässt. Welcher Arbeitsschritt, welche Aufgabe automatisiert werden soll, definieren Sie durch Ihr Anforderungsprofil. Und Sie können darauf vertrauen, der MPS verfügt über weitreichendes Ausbaupotenzial, das Ihnen über die aktuelle Applikation hinaus immer Luft nach oben lässt.



GERSTEL-MultiPurposeSampler (MPS robotic) in der Dual-Head-Ausführung als Workstation. (Foto: GERSTEL)

## SPE<sup>XOS</sup> II AM START

Mit dem SPE<sup>XOS</sup> II bringt GERSTEL die Weiterentwicklung des bewährten SPE<sup>XOS</sup>-Moduls für die Online-Festphasenextraktion auf den Markt. Gegenüber der klassischen SPE arbeitet das SPE<sup>XOS</sup>-Modul mit deutlich kleineren und automatisch wechselbaren Kartuschen mit einer Sorbensmenge von 10 bis 20 mg, wodurch sich der Prozess leicht miniaturisieren lässt. Es wird deutlich weniger Probe und Lösungsmittel benötigt, und auch das Elutionsvolumen fällt geringer aus. Die Extraktion verläuft vollständig in den HPLC-Prozess integriert, und das Eluat lässt sich in Gänze direkt auf die LC-Säule überführen. Das Resultat sind niedrigste Nachweisgrenzen, und zwar ohne Einengen des Eluats. Im Gegensatz zu seinem Vorläufer ist das neue SPE<sup>XOS</sup>-II-Modul mit der UHPLC kompatibel. Das System steht in den Versionen 300 und 1000 bar zur Verfügung. Beide Varianten eignen sich für Standard-Flüssiginjektionen in UHPLC-Systeme. Beim 1000-bar-System jedoch lässt sich die Online-SPE unmittelbar mit der UHPLC koppeln, ohne aufwendige Workarounds wie etwa den Transfer des Eluats in eine Schleife. Sämtliche Mehrwerte der Online-SPE und der UHPLC lassen sich erstmals in Kombination nutzen.



Anwendungen, die auf dem SPE<sup>XOS</sup> laufen, lassen sich uneingeschränkt – basierend auf der bestehenden Methode – auf das SPE<sup>XOS</sup>-II-System (300 bar) übertragen. Das SPE<sup>XOS</sup> II eignet sich für Anwendungen im Bereich der Lebensmittelsicherheit, Wasseranalytik sowie der forensischen Toxikologie und Pharmaanalytik. Besonders nutzbringend erweist sich der Einsatz des SPE<sup>XOS</sup> II beim Nachweis von Glyphosat und AMPA. Das GERSTEL-SPE<sup>XOS</sup> II wird unmittelbar zwischen MultiPurposeSampler (GERSTEL-MPS) und Chromatographiesystem geschaltet. Auf diese Weise lassen sich der Online-SPE alle MPS-Probenvorbereitungsschritte wie Flüssig-Flüssig-Extraktion, Zugabe von Standards, Verdünnung oder Derivatisierung vorschalten. Die automatisch wechselbaren Kartuschen ermöglichen eine verschleppungsfreie Analytik auch komplexer Matrices. Die Steuerung des SPE<sup>XOS</sup>-II-Moduls erfolgt im Kontext der Steuerung des MPS, und zwar intuitiv mit der GERSTEL-MAESTRO-Software, angebunden an die LC/MS-Software oder unabhängig im Stalalone-Betrieb. Probenvorbereitung und Analyse lassen sich dank der MAESTRO-Prep-Ahead-Funktion verschachteln, wodurch eine optimale Systemauslastung gewährleistet ist.

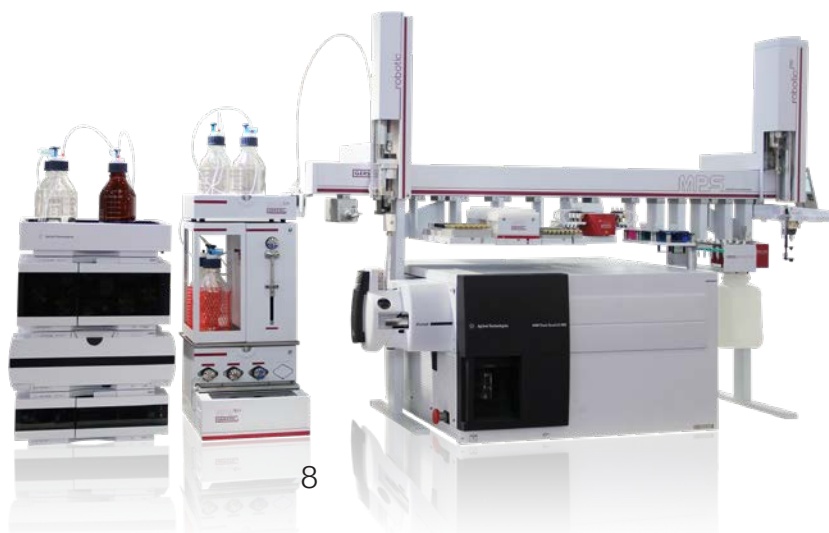
## GLYPHOSAT/AMPA ANALYSIEREN

In Zusammenarbeit mit den LC/MS-Experten der TeLA GmbH, einem Auftragslabor für die Lebensmittel- und Umweltanalytik in Geestland bei Bremerhaven, hat GERSTEL bereits vor einigen Jahren eine HPLC/MS-basierte Systemlösung für die Bestimmung von Glyphosat und dessen wichtigstem Metaboliten AMPA in Lebensmitteln entwickelt und inzwischen vielfach erfolgreich im Markt platziert. Technik und Methode sind ausgefeilt, werden jedoch kontinuierlich hinsichtlich ihrer Effizienz und

Produktivität optimiert. Die Systemlösung umfasst eine LC-MS/MS-Kombination von Agilent Technologies, den GERSTEL-MPS für die automatisierte Probenvorbereitung sowie das GERSTEL-SPE<sup>XOS</sup>, eine spezielle Festphasenextraktionseinheit, die mit kleineren, austauschbaren Kartuschen arbeitet und damit zu einer Einsparung von Lösungsmitteln beiträgt. Der Einsatz des online gekoppelten MPS-SPE<sup>XOS</sup>-LC-MS/MS-Komplettsystems erlaubt einen vollständigen Transfer der Probe und führt somit zu einer deutlichen Steigerung von Effizienz und Produktivität bei der Bestimmung von Glyphosat und AMPA mit Bestimmungsgrenzen im unteren µg/kg-Bereich bei einer gleichzeitigen Reduktion des Lösungsmitelesinsatzes.

### REFERENZEN

- [1] Oscar G. Cabrices, Andre Schreiber, Automated Derivatization, SPE Cleanup and LC/MS/MS Determination of Glyphosate and Other Polar Pesticides, GERSTEL-AppNote 9/2013, <http://bit.ly/2Y5MHRH>
- [2] Norbert Helle, Franziska Chmelka, Apropos Glyphosat, GERSTEL Aktuell 46 (2019) 6-9, <http://bit.ly/2JOR0Mi>





## KOOPERATION

## MEHRWERT FÜR LC-MS/MS-ANWENDER

„Höherer Probendurchsatz und mehr Flexibilität für unsere Kunden“ – mit diesem Ziel vor Augen hat GERSTEL mit der MayLab Analytical Instruments GmbH aus Österreich einen Kooperationsvertrag geschlossen. Dieser sichert GERSTEL die exklusiven Vertriebsrechte für das „MayLab MatrixEX NG“ (New Generation) in Deutschland, Österreich und der Schweiz zu. Beim MayLab MatrixEX NG handelt es sich um ein UHPLC-kompatibles Säulenschaltssystem, mit dem sich bis zu neun LC-Säulen selektieren, in einem Säulenofen temperieren, mit einer analytischen binären Gradientenpumpe eluieren und einer separaten Waschpumpe spülen lassen.

Die Möglichkeit, eine LC-Säule entgegen der analytischen Flussrichtung mit verschiedenen Lösungsmitteln nach Elution der letzten Analyten zu spülen, wirkt sich auf den Messprozess, die eingesetzte Technik und das Analyseergebnis aus: Akkumulierte Matrixrückstände lassen sich sicher und effizient entfernen, was zu einer höheren Präzision und besseren Richtigkeit führt und die Lebensdauer der LC-Säule signifikant erhöht. Nicht zuletzt führt dieser Schritt dazu, die Ionenquelle vor unliebsamen Kontaminationen zu bewahren und Ionen-Suppressionseffekte zu reduzieren. Die Steuerung des MatrixEX NG erfolgt aus der GERSTEL-MAESTRO-Software heraus, in die sie integriert ist. Der Einsatz des Systems in Kombination mit handelsüblichen LC-MS/MS-Systemen bietet dem Anwender somit einige interessante Mehrwerte, insbesondere im Kontext der Untersuchung matrixhaltiger Proben, zu denen Lebensmittel-, forensische und Umwelt-

proben sowie QuEChERS-Extrakte zählen. Darüber hinaus erleichtert und beschleunigt die rasche und unkomplizierte Verfügbarkeit mehrerer LC-Säulen sowohl die Methodenentwicklung als auch die alltägliche Routineanalytik. Beispielsweise lässt sich eine LC-Säule konditionieren, während eine andere bereits chromatographisch in Beschlag ist. Unmittelbar nach Elution des letzten Analyten kann die Injektion der Probe auf die zweite Säule erfolgen. Der Einsatz des MayLab MatrixEX NG unterstützt Sie auf sehr effiziente Weise dabei, Analysenzeiten zu verkürzen, da die Konditionierung der Säule nach der Analyse zeitlich nicht mehr ins Gewicht fällt. Nicht zuletzt lassen sich Analysen, die viele Methodenwechsel in langen Sequenzen beinhalten, unbeobachtet vom Personal über Nacht und auch an Wochenenden durchführen, weil manuelle Säulenwechsel entfallen und sich geeignete Eluenten automatisch auswählen lassen.



Effiziente LC/MS-Routineanalytik: „MayLab MatrixEX NG“ (New Generation) installiert auf einem Massenspektrometer.

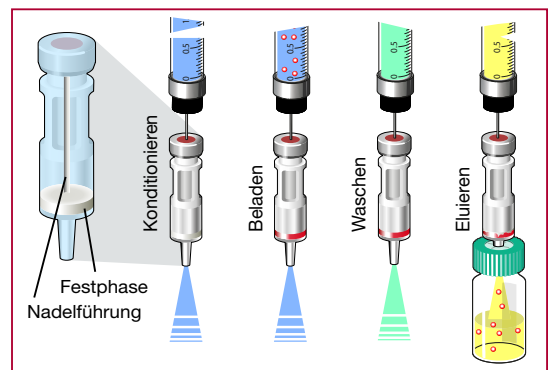
## MPS AUTOMATISIERT SMART-SPE/μSPE

Die Smart-SPE beziehungsweise μSPE ist eine patentierte mikroskalierte SPE-Technik, die die Handhabung signifikant geringerer Probenvolumina ermöglicht und damit den Lösungsmittelverbrauch sowie den für die Probenvorbereitung erforderlichen Zeit- und Arbeitsaufwand reduziert. Smart-SPE/μSPE und klassische SPE verwenden vergleichbare Sorbentien, bestehende Methoden lassen sich in der Regel der mikroskalierten Vorgehensweise anpassen. Die Smart-SPE/μSPE wird vom GERSTEL-MultiPurposeSampler (MPS) vollständig unterstützt; sie ist in die MAESTRO-Software mit PrepAhead-Funktion sowie in die MassHunter- und ChemStation-Software von Agilent Technologies integriert. Die ChemStation (C.01.10) lässt sich auch aus OpenLab starten.

Einbindung und Steuerung der Hardware erfolgen einfach per Mausclick.

## REFERENZ

Steven J. Lehotay, Lijun Han und Yelena Sapozhnikova, Automated Mini-Column Solid-Phase Extraction Cleanup for High-Throughput Analysis of Chemical Contaminants in Foods by Low-Pressure Gas Chromatography–Tandem Mass Spectrometry, *Chromatographia* (2019), DOI 10.1007/s10337-016-3116-y, <http://bit.ly/389evsx>



Nach der Konditionierung der Festphase wird die Kartusche beladen. Bei Bedarf kann das Sorbensbett zur Entfernung von Matrixbestandteilen gewaschen werden, bevor im letzten Schritt die Elution unter Verwendung eines geeigneten Lösungsmittels erfolgt. Im Vergleich mit der klassischen SPE benötigt die Smart-SPE/μSPE aufgrund der geringeren Sorbensmenge (10 – 45 mg) deutlich weniger Lösungsmittel.



UMWELTANALYTIK

## MIKROPLASTIK ZU WASSER, ZU LANDE UND IN DER LUFT

Umweltbelastendes Mikroplastik wird in nicht unerheblichem Ausmaß durch den Abrieb von Autoreifen verursacht. Allerdings erweist es sich als schwierig, den Eintrag von Reifenabrieb analytisch zu erfassen. Nun erlaubt eine neue Analysenmethode die simultane Bestimmung und Identifizierung sowohl thermoplastischer als auch elastomerer Mikroartikel.

**W**enn über die Belastung der Umwelt mit Mikroplastik gesprochen wird, richtet sich der Fokus meist auf thermoplastische Kunststoffe. In der Tat finden sich unter den polymeren Fundstücken insbesondere in aquatischen Ökosystemen vor allem Partikel aus Polyethylen (PE), Polypropylen (PP) und Polystyrol (PS), die mengenmäßig am meisten produzierten Kunststoffe weltweit. In jüngerer Vergangenheit, und zwar vor allem im Zuge der Diskussion über die Feinstaubbelastung der Luft, sind auch Elastomere, umgangssprachlich als Gummi bezeichnet, als Mikroplastikquelle vom Radar der öffentlichen Aufmerksamkeit erfasst worden. Mit Fug und Recht, wie Dr. Ulrike Braun von der Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung (BAM) sowie Kolleginnen und Kollegen von den technischen Universitäten in Berlin und Chemnitz meinen, denn bei schätzungsweise 60 Prozent der in die Umwelt eingetragenen polymeren Mikropartikeln handelt es sich um Gummirückstände, und die lassen sich in erster Linie dem Abrieb von Autoreifen zuschreiben.

Laut Bundesanstalt für Straßenwesen (BASt) sind in den 112.000 Tonnen Gesamtreifenabrieb in Deutschland (Stand 2010) 43.000 Tonnen Gummi- bzw. Polymeranteile [1] enthalten. Hierbei handelt es sich, bei genauer Betrachtung, um einen Schätzwert aus Verschleißdaten; bislang mangelt es an geeigneten und schnellen Methoden und Techniken, mit denen es gelingt, sichere und umfangreiche Angaben

über die Art und Weise des Gummieintrags in die Umwelt zu machen. Im Zuge einer institutsübergreifenden Zusammenarbeit haben Dr. Brauns Teamkollegen Paul Eisentraut und Dr. Erik Dümichen eine Analysenmethode entwickelt, mit der es nach Aussage der Wissenschaftler erstmals möglich sei, elastomere Reifenpartikel in Umweltproben zu identifizieren, und zwar zeitgleich mit der Bestimmung thermoplastischer Mikroplastikpartikel [2].

### Grenzen spektroskopischer Methoden

Die Bestimmung von Mikroplastik erfolgt weitverbreitet vor allem mittels Raman- oder Fourier-Transform-Infrarotspektroskopie (FTIR). Diese spektroskopischen Methoden nutzen ein stoffspezifisches Streuungs- (Raman) beziehungsweise Absorptionsmuster (IR) von eingestrahlttem Laser- respektive Infrarotlicht, um Auskunft über die Art des Kunststoffpartikels zu erhalten. (Mit Ortsauflösung kombiniert, können die mikroskopischen Verfahren gleichzeitig auch Informationen über Form, Anzahl und Größenverteilung der Partikel liefern.)

„Spektroskopische Verfahren bieten eine große Fülle an Informationen über eine Materialprobe, sind aber meist sehr arbeits- und zeitintensiv insbesondere in puncto Probenvorbereitung, womit in der Regel ein hoher Probendurchsatz ausgeschlossen ist“, sagt Dr. Ulrike Braun. Der Zeitaufwand, den die Ana-

Text: Guido Deuling; Abbildung: istock / Dmytro Varavin (S. 10)

lyse einer Probe erfordere, konstatiert die Wissenschaftlerin, stelle einen Nachteil spektroskopischer Methoden dar. Zudem sei es schwierig, Massengehalte zu ermitteln, wie sie von Regulierungsbehörden gewünscht oder gefordert werden. Hinsichtlich der Bestimmung von Reifenabrieb ergeben sich weitere Herausforderungen, die mit den im Elastomer enthaltenen Füllstoffen, namentlich vor allem Ruß, zusammenhängen und die sich mittels FTIR oder Raman-Spektroskopie nicht lösen lassen.

## Intelligente Kombination

Thermoanalytische Methoden wie die Pyrolyse mit anschließender Gaschromatographie und Massenspektrometrie (GC/MS) beziehungsweise die mit der GC/MS gekoppelte thermogravimetrische Analyse (TGA), stellen im Fall der Bestimmung von Mikroplastik in Umweltproben eine hochinteressante Alternative zu FTIR und Raman-Spektroskopie dar. Die thermogravimetrische Analyse ist in der Materialanalyse von Kunststoffen weitverbreitet. Sie kommt beispielsweise dann zum Einsatz, wenn das thermische Verhalten eines Werkstoffs bestimmt oder anhand des Zersetzungsverhaltens auf die Materialzusammensetzung geschlossen werden soll.

In der von der BAM entwickelten analytischen Methode nimmt die TGA eine zentrale Rolle ein. Die Wissenschaftler nutzen allerdings eine besondere Gerätekombination, die eine vollständig automatisierte GC/MS-Bestimmung der Zersetzungsprodukte einschließt. Bei der TGA wird die Probe, vereinfacht gesagt, auf einer hochempfindlichen Waage in kontrollierter Atmosphäre, etwa unter Inertgas, erhitzt. Der Verlust an Probenmasse infolge temperaturbedingter Zersetzung und des damit verbundenen Übergangs von Probensubstanz in die Gasphase wird gemessen und in einem Thermogramm als Funktion der Zeit aufgezeichnet. Auf diese Weise lässt sich der Massenverlust über einen Temperaturbereich von zum Beispiel 100 bis 800 °C ermitteln. Jedoch erhält man keine Auskunft darüber, welche Verbindungen sich verflüchtigt haben und somit für den Massenverlust verantwortlich sind; ein Rückschluss auf die chemische Natur der Probe ist nicht möglich.

Um hierüber Kenntnis zu erlangen, kann die TGA an einen FTIR- oder MS-Detektor gekoppelt werden. Beide Methoden, also TGA-FTIR und TGA-MS, lassen Rückschlüsse auf die in die Gasphase übergegangenen Zersetzungsprodukte zu. Eben aus diesem Grund ist die TGA interessant für die Analyse von Mehrkomponentensystemen sowie die Darstellung von Zersetzungsprofilen. Allerdings stößt auch diese Technik irgendwann an ihre Gren-

zen: Die Kombination der TGA sowohl mit der FTIR als auch mit einem MS erweise sich immer dann als effektiv, wenn „die gasförmige Mischung nur Komponenten mit sehr spezifischen FTIR-Spektren oder MS-Fragmentierungsmustern enthält oder die einzelnen gasförmigen Zersetzungsprodukte voneinander getrennt detektiert werden können“, sagt Dr. Ulrike Braun. Bei den gasförmigen Zersetzungsprodukten von Polymeren habe man es jedoch mit hochkomplexen Kohlenwasserstoffmischungen zu tun und in der Folge auch mit überlagernden Spektren beziehungsweise Messsignalen. Sollen alle polymerbasierten Zersetzungsprodukte sicher und eindeutig identifiziert werden, ist das Gemisch der thermogravimetrisch erzeugten Zersetzungsprodukte vor der Detektion gaschromatographisch aufzutrennen.



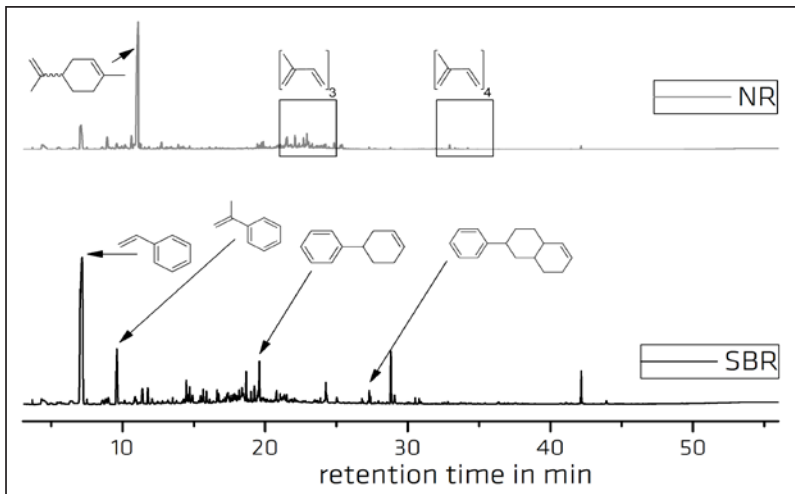
## Vollautomatisiert zum Analyseziel

Will man bei der Polymerbestimmung effizient zur Tat schreiten und eine hinreichend aussagekräftige große Probenanzahl abarbeiten, ist eine Automatisierung vonnöten. Dieses Ziel wurde in Zusammenarbeit mit den Experten von GERSTEL erreicht.

Das von Braun et al. verwendete vollautomatisierte TED-GC/MS-Analysensystem (TED steht für „Thermische Extraktion/Desorption“) setzt sich zusammen aus einer TGA 2 (Mettler Toledo) sowie einem GC 7890 und einem MSD 5977B (beide Agilent Technologies). Die Brücke zwischen der TGA und dem GC/MS-System schlägt ein GERSTEL-MultiPurposeSampler (MPS) einschließlich der Softwaresteuerung (GERSTEL-MAESTRO).

Um den Analysenverlauf einfacher zu gestalten und einen hohen Probendurchsatz zu gewährleisten, haben die Entwickler von GERSTEL die TGA mit

Von der BAM für die analytische Bestimmung thermoplastischer und elastomerer Mikroplastikpartikel verwendetes TED-GC/MS-System. (Foto: BAM)



Chromatogramm der Analyse von Elastomeren bestehend aus reinem Naturkautschuk (NR) und einem synthetischen Styrol-Butadien-Kautschuk (SBR). (Abbildung: BAM)

einer Vorrichtung zur Einführung eines Adsorptionsröhrchens für die Thermodesorption ausgestattet. Der MPS bestückt die Vorrichtung an der TGA mit dem Sorbensröhrchen, und zwar zeitgesteuert nach Abgreifen eines Startsignals der TGA. Die in der TGA erzeugten Ausgasungs- und Zersetzungsprodukte werden auf das Sorbens (verwendet wird ein PDMS-Material) gespült und der MPS überführt das nun beladene Röhrchen zur Thermodesorption (GERSTEL-ThermalDesorptionUnit, TDU).

Die dort wieder freigesetzten Analyten werden im KaltAufgabeSystem (GERSTEL-KAS) des GC fokussiert und temperaturprogrammiert auf die GC-Säule überführt. Die Auswertung der erhaltenen MSD-Signale erfolgt abschließend mithilfe eigener oder kommerziell erhältlicher Datenbanken. Zu den

Proben wird ein interner Standard (deuteriertes Polystyrol) gegeben; die Gehaltsbestimmung erfolgt über die Anwendung geeigneter Quantifizierungsverfahren (Kalibrierkurven, Standardaddition).

## Elastomere auf dem Prüfstand

Schon frühzeitig hatten Braun et al. mit dem TED-GC/MS-System neben Mikroplastik auch Reifenabrieb untersucht und

vielversprechende Resultate erzielt, die den Anfang zu einer 2018 im Fachjournal *Environmental Science & Technology Letters* [2] veröffentlichten Studie darstellten. Zunächst analysierten die Wissenschaftler reine Elastomermaterialien, um potenzielle Markerverbindungen für den Reifenabrieb zu identifizieren. Anschließend wurden Proben neuer Autoreifen und von Reifenrecyclat untersucht, sowohl Pkw- als auch

Lkw-Reifen, weil Pkw-Reifen überwiegend aus synthetischem Styrol-Butadien-Kautschuk (SBR) hergestellt werden, Lkw-Reifen hingegen überwiegend aus Naturkautschuk (NR). Schließlich wurden Umweltproben vermessen, die unterschiedlichen Quellen entstammten, etwa Straßenabläufen, Flusswasser, Sedimenten, Boden, Fischen und Pflanzen.

## Erste Erkenntnisgewinne über Reifenabrieb

Auf der Suche nach potenziellen Markern für Reifenabrieb identifizierten Eisentraut und Dümichen im Rahmen des vom BMBF geförderten Projektes „Mikroplastik im Wasserkreislauf“ (MiWa) mit der TED-GC/MS folgende Substanzen, die durch die Zersetzung von Elastomeren und elastomerem Reifenmaterial entstanden sind: Styrol, Methylstyrol, Cyclopentylbenzol, Cyclopentenylbenzol, Cyclohexenylbenzol, Phenyl-[4.4.0]bicyclodecen, Vinylcyclohexen, Butadien-Trimere und Homologe, Dipenten, Isopren-Trimere und -Tetramere.

Bei der Analyse reiner Reifenproben wurden weitere Verbindungen identifiziert, etwa Vulkanisationsmittel auf Basis von Benzothiazolen und deren Zersetzungsprodukte sowie Antioxidationsmittel auf Aminbasis, die sich allerdings aufgrund einer in der Literatur beschriebenen hohen Auswaschbarkeit als Marker wenig eigneten, berichtet Dr. Braun. Eindeutig zuordnen ließen sich spezifische Zersetzungsproduktmarker des Styrol-Butadien-Kautschuks (SBR), häufiger Bestandteil in Pkw-Reifen sowie von Naturkautschuk (NR), dem Hauptbestandteil von Lkw-Reifen, was bislang nur schwer möglich war. Es wurden auch noch andere Substanzen gefunden, allerdings seien diese unspezifisch und als Marker untauglich, schreiben die Wissenschaftler. Schwierigkeiten habe die Bestimmung von Naturkautschuk (NR) in Umweltproben bereitet, insofern pflanzliches Material enthalten war, das durch eventuell enthaltene Terpene ebenfalls Quelle für NR-Marker (Oligomere des Isoprens) sein kann.

Dennoch sei man in der Lage, basierend auf den Bestimmungen der SBR- und NR-Marker, auf den Reifenabrieb hochzurechnen. Obgleich ihre Studie einige Schwachstellen offenbart habe, welche die Aufklärung erschwerten, etwa unterschiedliche Fahrzeug- und Reifentypen, Alterungsstufen, Elastomergehalte und Additivzusammensetzungen, sei es ihnen gelungen, schreiben Braun et al., mittels der TED-GC/MS-Messung erstmals sowohl Mikroplastik aus Thermoplasten als auch den Abrieb von Reifen in realen Umweltproben zu bestimmen. Damit sei ein Weg beschritten, auf dem sich der Eintrag von Reifenabrieb in die Umwelt analytisch erfassen lasse.

## REFERENZEN

- [1] Birgit Kocher, Susanne Brose, Johannes Feix, Claudia Görg, Angela Peters und Klaus Schenker, Stoffeinträge in den Straßenseitenraum – Reifenabrieb, Berichte der Bundesanstalt für Straßenwesen, Reihe V: Verkehrstechnik (188), ISBN 97-3-86509-976-1, <http://bit.ly/2wvNMT7>
- [2] Paul Eisentraut, Erik Dümichen, Aki Sebastian Ruhl, Martin Jekel, Mirko Albrecht, Michael Gehde und Ulrike Braun, Two Birds with One Stone – Fast and Simultaneous Analysis of Microplastics: Microplastics Derived from Thermoplastics and Tire Wear, *Environmental Science & Technology Letters* 5 (2018) 608-613, DOI:10.1021/acs.estlett.8b00446; <http://bit.ly/2Tt6rgP>



## MATERIALANALYSE

# VERPACKUNGEN IM QUALITÄTSCHECK

Geschmack und Geruch eines Lebensmittels sollen unbeeinflusst bleiben von dem jeweilig verwendeten Verpackungsmaterial. Das ist leider nicht immer der Fall. Wie groß dessen Migrationspotenzial allerdings ist, lässt sich auf schnelle und effiziente Weise mithilfe der thermischen Extraktion mit anschließender GC/MS-Analyse ermitteln.

Für die Hersteller von Nahrungs- und Genussmitteln ist es wichtig, dass ihre Produkte Anklang finden bei den Konsumenten, deren Griff in die Supermarktauslage nicht per se von der Vorstellung geleitet ist, sich nahrhaft oder gesund zu ernähren. Appetit und Heißhunger verlangen eher nach einem besonderen Geschmackempfinden. Wird es enttäuscht, kann sich Lust schnell in Frust umkehren, und zwar auf beiden Seiten – auf der des Verbrauchers wie auch auf der des Herstellers. Nahrungs- und Genussmittel sowie Getränke, die anders riechen oder schmecken als erwartet, im ungünstigsten Fall Naserümpfen und Ekelempfindungen hervorrufen, können auch bislang treueste Kunden in die Arme der Konkurrenz treiben.

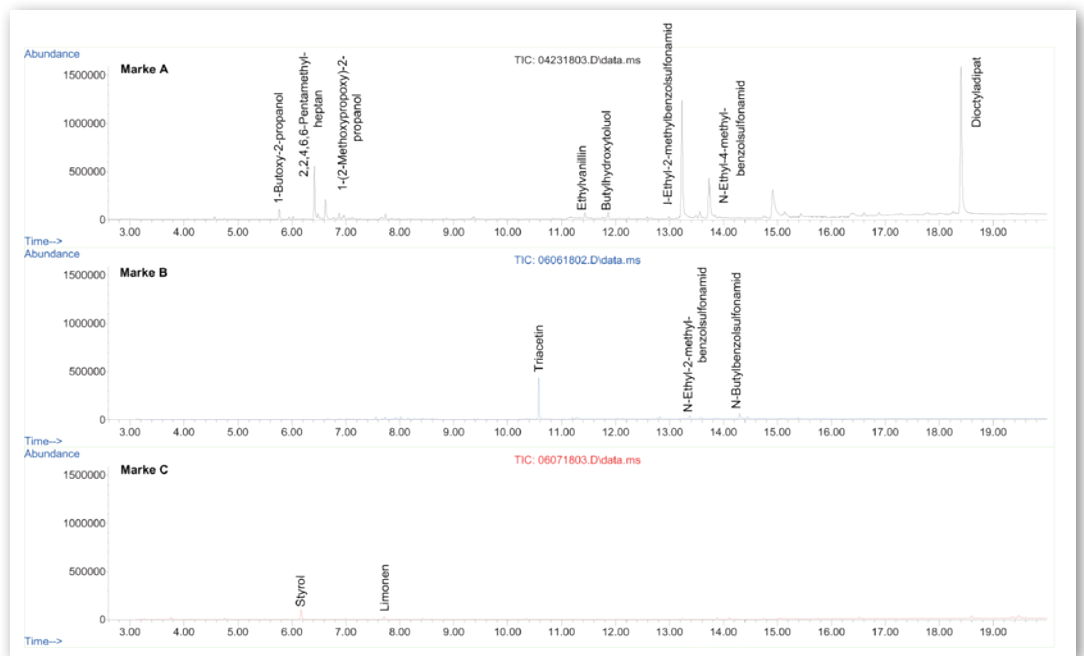
Um unerwünschte Wechselwirkungen und negative Einflüsse schlechter oder ungeeigneter Verpackungsmaterialien vorauseilend zu ermitteln und „Worst-Case“-Szenarien erfolgreich vorzubeugen, braucht es eine Analytik, mit der sich Lebensmittelverpackungen schnell, sicher und effizient auf ungünstige Effekte hin untersuchen lassen. Einer dieser Effekte ist das sogenannte „Scalping“. Das Wort stammt aus dem Englischen und heißt übersetzt skalpieren. In der Sprache des Aktienhandels bedeutet es, „jemandem das Fell über die Ohren zie-

hen“. Auch in der chemischen Analytik stößt man auf „Scalping“, und zwar in folgendem Zusammenhang, wenn nämlich Verpackungsmaterialien dem verpackten Produkt spezifische Aromen entziehen und adsorbieren, was Fehlgeschmack respektive eine Geschmacksverzerrung zur Folge haben kann.

Der andere Effekt ist die Migration: Chemische Verbindungen lösen sich aus der Verpackungsmatrix oder von deren Oberfläche und kontaminieren das Lebensmittel.

### Direkte Thermoextraktion als Mittel der Wahl

Eine effiziente Methode, mit der sich die negativen Eigenschaften von Werkstoffen, die für die Verpackung von Lebens- und Genussmitteln vorgesehen sind, in gewünschter Weise schnell und sicher untersuchen lassen, haben Applikationsexperten der GERSTEL, Inc. in Baltimore/USA entwickelt und in der Laborroutine etabliert [1]. Laurel Vernarelli, Jackie Whitecavage und John Stuff nutzten für die Bestimmung potenziell geruchsaktiver Verbindungen aus Verpackungsmaterialien die direkte thermische Extraktion mit anschließender Gaschromatographie und massenselektiver Detektion (GC/MS). „Eine



Gesamtionenchromatogramme für die direkte thermische Extraktion von Verpackungsmaterial für mit Crème gefüllte Sandwichkekse der Marken A (oben), B (Mitte) und C (unten). (Abbildung: GERSTEL)

Chemikalie, die migrationsfähig und extrahierbar ist, lässt sich häufig auch thermodesorbieren“, begründen die Experten die Wahl ihrer Methode. Besondere Kennzeichen chemischer Migranten seien: geringes Molekulargewicht, niedrige Polarität, hoher Diffusionskoeffizient. Die Thermodesorptions-GC/MS liefert einen Überblick über potenzielle Kontaminanten wie Oligomere aus Polyolefinen, Antioxidantien und deren Abbauprodukte, Plastikadditive, Lösungsmittel aus Druckfarben, Weichmacher, Monomere aus Bindersystemen, Verunreinigungen aus Pigmenten, Photoinitiatoren, unzählige Verbindungen und Verbindungsklassen aus recyceltem Karton wie Diisopropyl-naphthalin-Isomere, Phthalate oder Kohlenwasserstoffe, schreiben Vernarelli et al.

### Sinnvolle Ergänzung bei Migrationsstudien

Einen bemerkenswerten Mehrwert der direkten thermischen Extraktion, die keine vollumfängliche Migrationsstudie ersetzt, sie aber sinnvoll ergänzen kann, sehen Vernarelli et al. in der minimalen Probenvorbereitung, die sich im Grunde auf die Entnahme und Überführung einer geringen Probemenge von üblicherweise zehn bis 50 Milligramm in ein Glasröhrchen für die Thermodesorptionsanalytik beschränkt. Die befüllten Glasröhrchen werden der hohen Analyseeffizienz wegen auf einem geeigneten Autosampler (hier: GERSTEL-MultiPurposeSampler, MPS) platziert, der die Glasröhrchen der Thermodesorptionseinheit (hier: GERSTEL-ThermalDesorptionUnit, TDU, alternativ bietet sich auch die Gerätekombi-

nation GERSTEL-ThermalDesorptionSystem mit Autosampler [TDS/TDS-A] an) zuführt und nach erfolgter Analyse wieder entfernt. In der TDU erfolgt die direkte thermische Extraktion (max. 60 °C) der Analyten. Diese werden im PTV-Eingang (GERSTEL-KaltAufgabeSystem, KAS) des GCs cryofokussiert und temperaturprogrammiert auf die GC-Säule (30 m Rxi-5Sil MS, Restek) überführt. Für die Trennung der Analyten verwendeten die US-Applikationsspezialisten einen GC 7890A, für die Detektion einen MS 5977B (beide von Agilent Technologies).

### Qualität der Messung absichern

Um die einwandfreie Funktionstüchtigkeit von Gerät und Methode in der Laborroutine unter Beweis zu stellen, untersuchten Vernarelli et al. verschiedene Verpackungsmaterialien: Bei den Proben handelte es sich um Kunststoffverpackungen verschiedener Marken von mit Schokoladencrème gefüllten Plätzchen, Käse-Crackern sowie Weich- und Kaubonbons. Die Applikationsexperten wogen jeweils 25 mg Verpackung ein, überführten das Material jeweils in ein leeres TDU-Röhrchen und verschlossen es mit einem Transportadapter zur automatisierten Handhabung durch den Autosampler. Die Möglichkeit zur Quantifizierung mittels eines externen Standards demonstrierten die Applikateure anhand von Benzaldehyd, angesetzt in Methanol in fünf unterschiedlich konzentrierten Lösungen (1-100 mg/L). Jeweils 1 µL einer jeden Lösung wurde auf ein Tenax-TA-Röhrchen gegeben, das in der TDU thermisch desor-

biert und nach Fokussierung des Analyten im KAS mittels GC/MS vermessen wurde. Die erhaltene Kalibriergerade wurde zur Quantifizierung eingesetzt: „Die Verbindung Benzaldehyd wurde in der Verpackung einer der nachfolgend genannten Marken von Weich- und Kaubonbons gefunden und quantifiziert (79 ng ± 6 ng / 25 mg Probe)“, berichten Vernarelli et al. Alle weiteren, unten näher beschriebenen Analyten, wurden nur qualitativ bestimmt.

### Praxistauglichkeit im Test

Vernarelli et al. analysierten die Verpackungen unterschiedlicher Marken von mit Schokocrème gefüllten Plätzchen. Die Untersuchung der nicht näher beschriebenen Proben habe in Produkt A die höchste Zahl extrahierbarer Verbindungen ergeben; die Fundstücke stammen entweder aus der Verpackung selbst, können aber auch aus dem verpackten Produkt auf die Verpackung übergegangen sein. Es fanden sich Tintenlösungsmittel wie 1-Butoxy-2-propanol und 1-(2-Methoxypropoxy)-2-propanol, Weichmacher wie Dioctyladipat sowie Sulfonamide. Wie die Experten schreiben, enthalte das Chromatogramm auch Ethylvanillin, einen Aromastoff, sowie butyliertes Hydroxytoluol, das als Konservierungsmittel zur Anwendung kommt – Migrationen aus dem Produkt? Das Chromatogramm des Verpackungsmaterials B förderte die Lebensmittelzusätze Triacetin und Vanillin sowie Sulfonamid ans Tageslicht. In Probe C fanden sich Styrol und Limonen.

In den Bonbonpapieren (Proben D-F) identifizierten Vernarelli et al. große Mengen Triacetin, das als Weichmacher sowohl in Kaugummis als auch in Lacken und Klebstoffen enthalten ist. Es fanden sich natürliche Aromastoffe wie Allylhexanoat und Benzylacetat sowie das Antioxidationsmittel 2,4-Di-tert-butylphenol sowie Dioctyladipat. Zudem zeigt das Chromatogramm der Probe D zwei Sulfonamid-Signale. Die Messung des Verpackungsmaterials der Probe E deutet auf eine Vielzahl adsorbierter Lebensmittelinhaltsstoffe hin, etwa Isobutylacetat, Ethylbutyrat, Ethyl-2-methylbutyrat, Ethylisovaleriat, Isoamylacetat, Benzaldehyd, D-Limonen, Butylisovaleriat, Linalool, Benzylacetat, Methylsalicylat, Zimtsäuremethylester, Beta-Damascenon, Trans-Beta-Ionon sowie 4-(4-Methoxyphenyl)butan-2-on. Darüber hinaus finden sich 2,4-Dimethyl-1-hepten und butyliertes Hydroxytoluol, das als Lebensmittelzusatzstoff E 321 zugelassen ist.

Die Verpackungen der käsegefüllten Sandwich-Cracker (G-I) wurden ebenfalls direkt thermisch extrahiert. „Alle drei Verpackungen haben Nonanal und butyliertes Hydroxytoluol enthalten“, berichten Vernarelli et al. Die Chromatogramme der Probe G

und H zeugten ebenfalls von einer Vielzahl verschiedener Verbindungen, die dem Ursprung nach von den Crackern selbst herrührten, darunter Hexanal, Hexansäure, Isopropylaurat, Isopropylmyristat und Heptacosan. Ferner fanden sich in den Proben G und H die Weichmacher N-Butylbenzolsulfonamid und Tributylacetylacrylat aus dem Verpackungsmaterial.

### So urteilen die Experten

Vernarelli et al. geben sich in ihrem Fazit überaus zufrieden mit dem Resultat der direkten thermischen Extraktion verschiedener Lebensmittelverpackungen. Besonders heben die Applikationsspezialisten den gegenüber den erzielten Ergebnissen (mit Nachweisgrenzen im Spurenbereich) minimalen Arbeitseinsatz für die Probenvorbereitung hervor. In diesem Kontext sehen sie den Einsatz des Autosamplers (MPS) in Verbindung mit der TDU

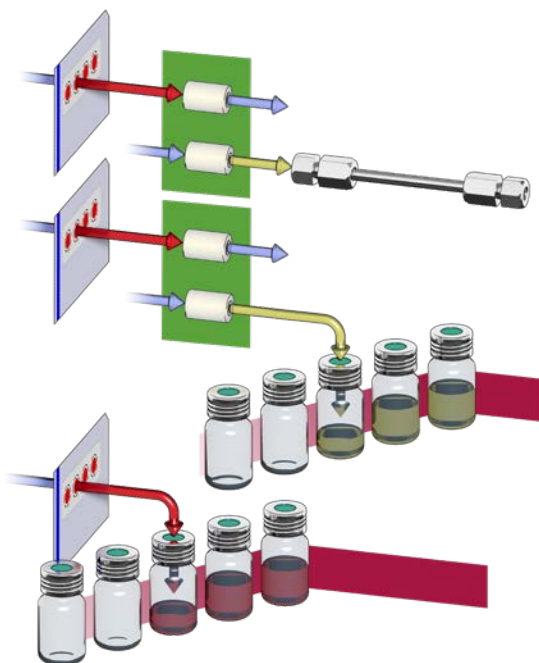
und dem KAS als maßgeblich. Die Gerätekombination offeriere dem Anwender eine Vielzahl an Optionen für die chemische Analyse: „Abhängig von den analytischen Anforderungen bietet der MPS die Möglichkeit, einfach zwischen Flüssig- und Großvolumeninjektion, Festphasenmikroextraktion (SPME) oder statischer Headspace-Analyse zu wechseln“, schreiben Vernarelli et al. Auch der Einsatz der GERSTEL-ThermalDesorptionUnit (TDU) sei bemerkenswert, ermögliche das System doch eine Vielzahl verschiedener Analysestrategien, etwa unter Einsatz der thermischen Desorption, die direkte thermische Extraktion sowie die Twister- und Thin-Film-SPME-Bestimmung. Als weitere Optionen stünden die Dynamische Headspace (DHS) als eigenständige thermische Extraktionstechnik sowie die Pyrolyse zur Verfügung. Der Wechsel zwischen den verschiedenen Betriebsmodi sei mit einem minimalen Aufwand verbunden, sodass sich das System schnell an sich ändernde Anforderungen anpassen lässt, betonen die Applikationsexperten.



Ein vergleichbares Analysesystem haben Vernarelli et al. für die Methodenentwicklung verwendet. (Foto: GERSTEL)

### REFERENZ

- [1] Laurel Vernarelli, Jackie Whitecavage, John Stuff, Direct Thermal Extraction Analysis of Food Packaging Material, GERSTEL Application Note No. 203 (2019), <http://bit.ly/2TxaNDyf> (AppNote enthält weitere, im Text erwähnte Chromatogramme)



## AUTOMATISIERTE DRIED-BLOOD-SPOT-ANALYSE

# DEN INFORMATIONSGEHALT WENIGER BLUTSTROPFEN EFFIZIENT AUSLESEN

Der Einsatz des vollautomatisierten MultiPurposeSampler-(MPS)-basierten Dried-Blood-Spot-Analysesystems (GERSTEL-DBS-A) bietet Anwenderinnen und Anwendern in der Praxis viele Mehrwerte.

Die DBS-Analyse erweist sich als einfache Technik für die Untersuchung von Blut. Wenige Mikroliter Blut genügen zur Durchführung einer Dried-Blood-Spot-(DBS)-Analyse. Appliziert, bevorratet und zur Vermessung gelangt das Blut auf spezielle Cellulose-Karten, die als Probenträger fungieren. Die Effizienz und Produktivität der DBS-Analyse hängt jedoch signifikant von ihrem Automatisierungsgrad ab. Eine leistungsfähige Gesamtlösung (DBS-A) auf Basis des GERSTEL-MultiPurposeSamplers (MPS), gekoppelt an ein LC-MS/MS-System oder als Workstation, hat GERSTEL in Kooperation mit der niederländischen Firma Spark Holland entwickelt und erfolgreich in relevanten Laborumgebungen etabliert. Bedeutet: Einfach die Karte ins Rack des Autosamplers gestellt, auf Start gedrückt und los geht's. Zur Anwendung kommt das DBS-A-System

von GERSTEL derzeit unter anderem in führenden Anti-Doping-Laboratorien und in pharmazeutischen Laboratorien. Der Einsatz des DBS-A-Systems im Rahmen forensisch-toxikologischer Anwendung liegt auf der Hand (siehe dazu auch unseren Beitrag zum Nachweis von Phosphatidylethanol [PEth] auf Seite 17).

Der MPS transportiert die DBS-Karte zu einer Kamera; eine integrierte Bilderkennungssoftware bestimmt die Lage und bewertet die Qualität des getrockneten Blutstropfens. Der MPS platziert die Karte dann im Desorptionsinterface, in dem eine definierte Fläche des Blutstropfens (2 bis 8 mm Durchmesser) von einem

Lösungsmittel durchströmt wird, um die Analyten zu desorbieren (Flow Through Desorption, FTD™). Interne Standards lassen sich zudosieren, Aufreinigungsschritte auf einer automatisch auswechselbaren SPE-Kartusche anschließen.

Nach dem Transfer der Analyten in das HPLC-System oder dem Sammeln von Extrakten unter Einsatz der MPS-Workstation – einschließlich weiterer automatisierter Probenvorbereitungsschritte wie Eindampfen und Derivatisieren – wird die DBS-Karte freigegeben und die Leitungen werden gespült. Zu Dokumentationszwecken wird noch ein Foto der Karte nach dem Desorptionsschritt angefertigt. Insofern das Gesamtsystem direkt an die HPLC gekoppelt ist, werden die Analyten aus dem desorbierten Bereich vollständig auf die HPLC-Säule und damit ins Massenspektrometer überführt, was für sehr gute Nachweisgrenzen sorgt.

Das DBS-A-Gesamtsystem lässt sich nicht nur für Blutproben nutzen, die Analyse einer Vielzahl anderer flüssiger Matrices wie Plasma, Urin oder Wasser ist sinnvoll und möglich.

### LITERATURHINWEIS

L. Tretzel, A. Thomas, T. Piper, M. Hedeland, H. Geyer, W. Schänzer und M. Thevis, Fully automated determination of nicotine and its major metabolites in whole blood by means of a DBS online-SPE LCHR-MS/MS approach for sports drug testing, *Journal of Pharmaceutical and Biomedical Analysis* 123 (2016) 132-140, DOI: 10.1016/j.jpba.2016.02.009, <http://bit.ly/2whZgAg>

### LITERATURHINWEIS

L. Tretzel, C. Görgens, H. Geyer, A. Thomas, J. Dib, S. Guddat, V. Pop, W. Schänzer und M. Thevis, Analyses of Meldonium (Mildronate) from Blood, Dried Blood Spots (DBS), and Urine Suggest Drug Incorporation into Erythrocytes, *International Journal of Sports Medicine*, DOI: 10.1055/s-0036, <http://bit.ly/38iXCf7>

Open Access



Vollautomatisiertes, MPS-basiertes DBS-A-System.

### REFERENZEN

- [1] F. D. Foster, J. R. Stuff und E. A. Pfannkoch, Automated Desorption, SPE Extraction, and LC-MS/MS Analysis of Dried Blood Spots, GERSTEL AppNote 4/2015, <http://bit.ly/2Tcf0xr>
- [2] J. Dib, L. Tretzel, T. Piper, A. Lagojda, D. Kuehne, W. Schänzer und M. Thevis, Screening for adiponectin receptor agonists and their metabolites in urine and dried blood spots, *Clinical Mass Spectrometry* 6 (2017) 13-20, DOI: 10.1016/j.clinms.2017.10.002, <http://bit.ly/32H3dun>



## PHOSPHATIDYLETHANOLE (PEth): BIOMARKER DES ALKOHOLKONSUMS VOLLAUTOMATISIERT AUS DBS BESTIMMEN

Mag man auch über die Bestimmung der Atem- und Blutalkoholkonzentration sicher ermitteln können, ob jemand kürzlich Alkohol konsumiert hat: Eine längerfristige Abstinenz, wie sie im Rahmen von Therapien oder im Zuge der Fahreignungsprüfung verlangt wird, lässt sich damit nicht belegen. Hierfür bedarf es anderer Methoden, zum Beispiel die Bestimmung spezieller Biomarker, die den Alkoholkonsum sicher belegen. Als aussichtsreiche Kandidaten haben sich Phosphatidylethanoole (PEth) herausgestellt. PEth (16:0/18:1 PEth, 16:0/18:2 PEth) lassen sich lange Zeit nach dem letzten Alkoholkonsum hinreichend empfindlich in Blut nachweisen.

Allerdings kann sich die PEth-Konzentration in flüssigen Proben aufgrund fortschreitender enzymatischer Aktivität verändern, womit sich flüssige Blutproben für die Analyse als ungünstig erweisen. Zur Bestimmung von PEth empfiehlt sich daher die Verwendung von Trockenblutproben (Dried Blood Spots, DBS). Eine einfache und volumengenaue Probenahme von Vollblut auf DBS-Karten und ein sicherer Probenversand lässt sich mit HemaXis™ DB 10 von der Schweizer Firma DBS System realisieren.

Mit dem vollautomatisierten GERSTEL-DBS-A-System gelingt der PEth-Nachweis effizient, sicher und sensitiv im 10-ng/mL-Bereich. Alle Schritte des Probenhandlings einschließlich Barcode-Identifizierung, Zugabe von internen Stan-



HemaXis DB 10 zur einfachen und genauen Entnahme und Bereitstellung von 10 µL Vollblut auf Dried-Blood-Spot (DBS) Karten zur Bestimmung unter anderem von PEth. Foto: DBS System

dards, Herauslösen repräsentativer Probemengen aus dem Probenträger, Festphasenextraktion (SPE) bis zur online-gekoppelten LC-MS/MS-Bestimmung verlaufen schnell und zuverlässig. Details zu unserem vollautomatisierten GERSTEL-MPS-DBS-A-LC-MS/MS-System erhalten Sie auf Anfrage per E-Mail an [info@gerstel.de](mailto:info@gerstel.de).

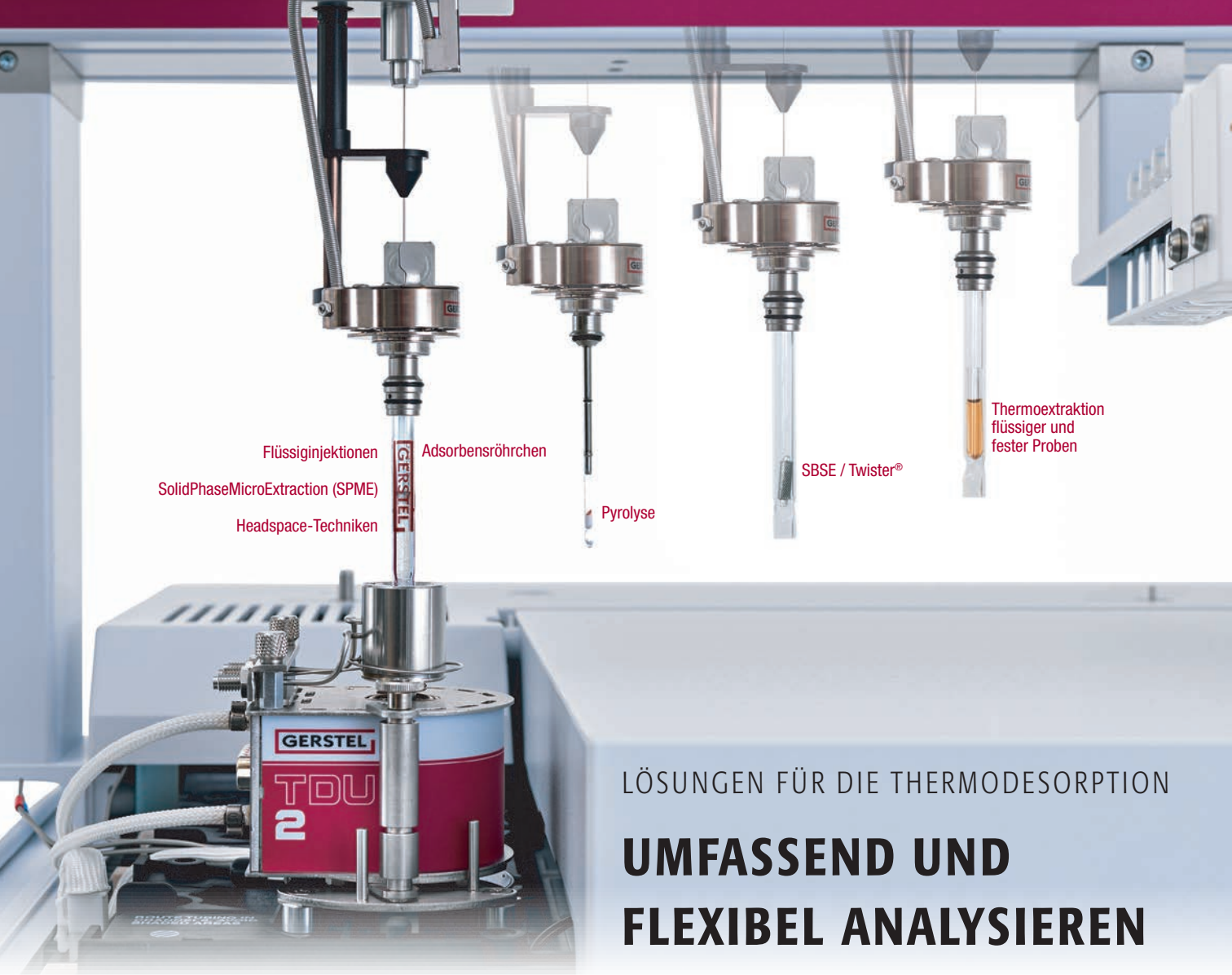
## HÄMATOKRITWERT IN DRIED BLOOD SPOTS (DBS) AUTOMATISCH BESTIMMEN

In Zusammenarbeit mit Büchi hat GERSTEL ein Analysesystem entwickelt, mit dem sich der Hämatokritwert in Trockenblutproben auf DBS-Karten vollständig automatisch und zerstörungsfrei bestimmen lässt. Die Bestimmung des Hämatokritwertes erfolgt durch Infrarotmessung (NIR) und anschließender multivariater Auswertung der Spektren. Die Probe wird mittels GERSTEL-DBS-A extrahiert und im LC-MS/MS analysiert. Die Analyse verläuft vollautomatisiert unter Einsatz der GERSTEL-MAESTRO-Steuerungssoftware. Die Bestimmung des Hämatokritwertes kann wahlweise unmittelbar vor

der DBS-Analyse erfolgen oder applikativ beziehungsweise gerätetechnisch unabhängig auf Basis einer Standalone-Variante.



Büchi-NIR zur Bestimmung des DBS-Hämatokritwertes vor Extraktion und Analyse mittels GERSTEL-DBS-A-LC-MS/MS. Foto: Büchi



Flüssiginjektionen  
SolidPhaseMicroExtraction (SPME)  
Headspace-Techniken

Adsorbensröhrchen

Pyrolyse

SBSE / Twister®

Thermoextraktion  
flüssiger und  
fester Proben

LÖSUNGEN FÜR DIE THERMODESORPTION

## UMFASSEND UND FLEXIBEL ANALYSIEREN

In vielen Anwendungsbereichen kommt es in zentralen Fragen auf eine sehr genaue, hochempfindliche Bestimmung sowohl bekannter als auch unbekannter, mehr oder weniger flüchtiger organischer Verbindungen (VOC) an – idealerweise verlust- und zerstörungsfrei sowie ohne den Einsatz toxischer Lösungsmittel. Hier bietet sich die Thermodesorption als das Mittel der Wahl an. GERSTEL ist ein weltweit führender Systemanbieter.

### REFERENZ

- [1] G. Deußing, Eiskalte Analytik, GERSTEL Aktuell 51 (2016) 14, <http://bit.ly/2vtnS9e>

Die sichere und zuverlässige Analyse flüchtiger organischer Verbindungen, sogenannter Volatile Organic Compounds (VOC), stellt eine mehr oder weniger große Herausforderung dar. Das betrifft den Schadstoffnachweis in der Luft sowohl im Innenraum als auch in der Umwelt ebenso wie die Untersuchung von Materialemissionen und -migrationen, die Identifizierung von Duftstoffen und Geruchsverursachern oder den Nachweis möglicher Krankheitsindikatoren in der Ausatemluft. Einerseits geht es darum, die technischen Voraussetzungen zu schaffen, die es erlauben, eine große Bandbreite potenziell flüchtiger Stoffe zu bestimmen, angefangen bei sehr leicht- (VVOCs) bis sehr schwerflüchtigen (SVOCs) Verbindungen. Andererseits geht es auch darum, möglichst niedrige Nachweisgren-

zen sicher und zuverlässig zu erreichen. Diese Anforderungen zu erfüllen mag angesichts wohlbekannter Analyten, deren Bestimmung in nationalen und internationalen Standardmethoden und Normen definiert ist, vergleichsweise einfach sein. Die analytische Laborpraxis kennt jedoch auch den umgekehrten Fall: Nicht selten tragen Untersuchungen das Merkmal einer nicht-zielgerichteten (non-target) Vorgehensweise, das heißt die Messung erfolgt unter der Prämisse, relevante, wohl aber unbekannte Stoffe aufzuspüren und nach Art und Menge genau zu bestimmen. Non-Target-Analysen bedeuten für einen Anwender stets, Neuland zu betreten. Wurde die Pionierarbeit erfolgreich geleistet, lassen sich einfachere oder standardisierte Methoden entwickeln und in der Routineanalytik etablieren.

Text: Guido Deußing, Fotos: GERSTEL

Der Erfolg einer nicht-zielgerichteten Analyse hängt von der eingesetzten Analysetechnik ab. Die verwendeten Geräte und Systeme sollten sich idealerweise flexibel den Anforderungen des Tages anpassen lassen und derart ausgestattet sein, dass sich mit ihnen ein möglichst umfangreiches Spektrum an Verbindungen frei von Diskriminierungen, Kontaminationen und Substanzverlust auch in niedrigsten Konzentrationen bestimmen lässt.

Wünschenswerterweise lässt sich die Technik einfach und anwenderfreundlich bedienen. Bezogen auf die Analyse von VOC hat sich die Thermodesorption (TD) im Vorfeld der Gaschromatographie – nicht selten in Verbindung mit der Massenspektrometrie – als Werkzeug der Wahl herausgestellt.

GERSTEL setzt mit seinen Geräten und Systemen für die lösungsmittelfreie und damit umweltschonende Thermodesorption seit mehr als 25 Jahren weltweit Maßstäbe.

## Fokus auf die Technik

Blicken wir auf die technischen Details thermischer Desorptionsinstrumente. Sie bestehen im Wesentlichen aus drei Kernkomponenten: einem Konzentrator, einem thermischen Desorber sowie einem Autosampler. Das Herzstück eines jeden GERSTEL-Thermodesorbers ist seit jeher das KaltAufgabeSystem (KAS), mit dem sich Analyten leistungsstark und diskriminierungsfrei aufkonzentrieren lassen. Entwickelt wurde das KAS ursprünglich für die Injektion großvolumiger Lösungsmittel und Probenextrakte. Heute stellt das KAS eine einfache Probenfalle dar, deren Funktionsprinzip, also das Einfangen und Konzentrieren von Analyten, auf niedrigen Temperaturen basiert und nicht notwendigerweise auf dem Einsatz eines Sorptionsmittels.

Die Cryofokussierung eignet sich bestens für die Bestimmung unbekannter flüchtiger Verbindungen: Die Kühlfalle erlaubt die Einstellung tiefer Minustemperaturen, wodurch es möglich ist, alle gasförmigen Stoffe durch Kondensation dem Gasstrom zu entziehen. Das KAS dient somit als Probenfalle für die GERSTEL-Thermodesorption, erweist sich aber auch für Flüssiginjektionen als wertvoll, etwa bei der Validierung von TD-Methoden oder im Zuge der Problemlösung.

## Das KAS 4 als ideale Kühlfalle

Ein schlankes Design sowie ein kurzer, von Ventilen freier Probenweg minimiert das Risiko von Verschleppungen und Substanzverlust. Die Möglichkeit einer programmierbaren, temperaturabhängigen Fokussierung der Analyten erlaubt eine einfache Handhabung des Geräts. Wird das KAS mit flüssigem Stickstoff gekühlt, lassen sich minus 180 °C erreichen, die Koh-

lendioxid-Kühloption erreicht Werte um die minus 70 °C. Das heißt, sämtliche potenziell interessanten Verbindungen werden kondensiert und fokussiert und können anschließend temperaturprogrammiert auf die Trennsäule ins GC-System überführt werden. Das KAS muss nicht für verschiedene Stoffgruppen gesondert konfiguriert werden, eine Falle reicht für alle Fälle: Der Vollständigkeit halber: Die kühlmittelfreie Kryostatenkühlung erlaubt Temperaturen bis minus 40 °C, die Peltier-Kühlung reicht bis plus 10 °C; eine moderate Temperatur, die geeignet ist zum Trappen von Hochsiedern. [1]

## Drei Thermodesorber zur Auswahl

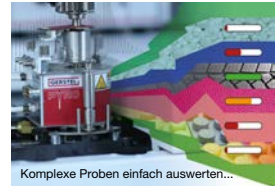
Das KAS lässt sich mit drei unterschiedlichen GERSTEL-Thermodesorbern kombinieren: ThermalDesorptionSystem (TDS 3), ThermalDesorptionUnit (TDU 2) und Thermodesorber 3.5\* (TD 3.5\*).

Der Probeneintrag erfolgt in der Regel durch Einsatz von mit Sorbens beladenen Röhrchen aus Glas oder Metall. Um den Anforderungen der jeweiligen Anwendungsfelder gerecht zu werden, unterstützen die TD-Systeme von GERSTEL die drei weltweit am häufigsten verwendeten Röhrchengrößen, und zwar die Längen 2,4 Zoll (60 mm), 3,5 Zoll (89 mm) und 7 Zoll (179 mm). Das passende Gerät lässt sich in Abhängigkeit vom Anforderungsprofil auswählen. Hierzu folgende Empfehlung:

2,4-Zoll-TDU-Röhrchen eignen sich besonders gut für die Twister- oder Dünnschicht-SPME-Desorption. 3,5-Zoll-Röhrchen (vorgesehen für den Einsatz im TD 3.5\*) erlauben die Aufnahme einer signifikant größeren Sorbensmenge und besitzen damit eine höhere Beladungskapazität; sie werden häufig für Luftmessungen im Innen- und Außenbereich verwendet oder für die Bestimmung sehr flüchtiger Stoffe mittels der Dynamischen Headspace-Technik (DHS).

Weil es von Anwendung zu Anwendung oftmals viele Überschneidungen gibt, ist die Größe des TD-Rohres am Ende immer eine Frage der Aufgabenstellung. Unabhängig von der Rohrgröße weisen alle GERSTEL-Thermodesorber drei wichtige Merkmale auf. Sie verfügen über 1. eine schnelle, aber wohl zu dosierende Rohrheizung, 2. einen einfachen Probendurchlass, frei von Ventilen und Transferleitungen zwischen TD-System und KAS sowie 3. die Möglichkeit, schnell und einfach demontiert und umgerüstet zu werden, um zum Beispiel Flüssigkeitsinjektionen durchzuführen, Methoden zu validieren oder zu Wartungszwecken.

Die schnelle Demontage ermöglicht eine rasche Wiederherstellung der Analysebereitschaft auch nach dem Durchsatz stark matrixhaltiger oder „heißer“ Proben. Sämtliche TD-Systeme von GERSTEL lassen sich vollständig automatisiert betreiben.



Komplexe Proben einfach auswerten...

**Sie wollen sich die Auswertung Ihrer Pyrolyse-GC/MS-Daten erleichtern?**

**Möglichst wird's mit der ChromIdent-Software mit angeschlossener Datenbank. Sichern Sie sich jetzt unseren Einführungsrabatt. Wie? Ganz einfach eine E-Mail an [info@gerstel.de](mailto:info@gerstel.de).**



Zeit für den Wechsel!

...zu einem neuen TD-System

**Sind Sie in Wechselstimmung?**

**Wir nehmen Ihre TDU und Ihren MPS bei einem Upgrade in Zahlung. Interessiert, mehr zu erfahren? Kurze E-Mail an [info@gerstel.de](mailto:info@gerstel.de). Wir melden uns umgehend bei Ihnen.**



Das TDS 3 verfügt über einen eigenen, passgenauen Autosampler (GERSTEL-TDS A); die TDU 2 und der TD 3.5+ werden mit Autosamplern der GERSTEL-MPS-robotic-Serie kombiniert.

Für TD-Anwendungen verfügbar ist auch eine spezielle TD-Version des MPS (siehe Seite 21). Beide Systeme, also die TDU 2 und der TD 3.5+, lassen sich auf einer Plattform mit mehr als 20 Techniken zur Einführung analytischer Proben skalieren, von der Flüssigkeitsinjektion über die Headspace-Injektion bis hin zur Dynamischen Headspace und Pyrolyse.

Für Anwender, für die Non-Target-Analysen die Herausforderungen des Tages darstellen, sind die TD-Lösungen von GERSTEL eine große Unterstützung. Die leistungsstarken TD-Plattformen maximieren den

Einsatz und den Nutzen leistungsstarker Massenspektrometer wie TOF-MS.

**Fazit:** Die TD-Lösungen von GERSTEL unterstützen Sie dabei, insbesondere auch anspruchsvollste, nicht zielgerichtete Analysen (einschließlich zu erwartender Matrixprobleme) erfolgreich und effizient zu bewältigen. Einfachheit und Robustheit des jeweiligen TD-Systems wie auch der gesamten TD-Plattform ermöglichen die routinemäßige Quantifizierung einer großen Bandbreite an VOCs – unabhängig von der jeweiligen Schwierigkeitsstufe.

Ob es darum geht, wenige Parameter in der Luft zu bestimmen oder das vollständige Aromaprofil einer Avocado zu entschlüsseln, die TD-Technologie von GERSTEL führt zum Erfolg!

## GERSTEL CHROMIDENT® PYRO EDITION DURCHBLICK DURCH KOMPLEXE PROBEN

GERSTEL hat sein Produktportfolio um eine Software-Lösung erweitert, die es ermöglicht, auf effiziente Weise unbekannte, komplex aufgebaute Proben durch intelligenten Vergleich mit Bibliotheksdaten aufzuklären, und zwar auch dann mit hoher Erfolgswahrscheinlichkeit, wenn lediglich Teilmengen einer komplexeren Mischung in der Datenbank hinterlegt sind.

Wenn es um die gaschromatographische Untersuchung von Substanzmischungen geht, kann sich der Abgleich der Analysedaten mit den in der NIST oder einer vergleichbaren Referenzdatenbank hinterlegten Informationen als zielführend erweisen. Ergebnis einer solchen Untersuchung ist in erster Linie die Erkenntnis über die in der Probe vorhandenen Einzelsubstanzen, nicht aber über die Identität der Gesamtprobe. Dafür benötigt der Anwender einen innovativeren Lösungsansatz, insbesondere, wenn schnelle und sichere Antworten benötigt werden. Einen solchen Lösungsansatz hat GERSTEL mit der „ChromIdent Pyro Edition“

unter Berücksichtigung Gerätehersteller unabhängiger MS-Daten, zu vergleichen und Übereinstimmungen schnell und zuverlässig nach verschiedenen Methoden zu ermitteln. Zusammen mit der von GERSTEL erstellten PYRO-Datenbank für die Pyrolyse-GC/MS lassen sich Pyrogramme von Polymeren, Copolymeren und Biopolymeren sicher zuordnen, und zwar nicht durch Abgleich der Analysedaten mit den hinterlegten Referenzdaten der Probe, sondern bereits anhand der einzelnen Signale, die sich den in der Probe enthaltenen komplexen Komponenten einem spezifischen Marker gleich zuordnen lassen. Die Software erlaubt bei der Auswertung unterschiedliche Operationen, die das Auffinden und die kontextbezogene Zuordnung der Verbindung ermöglicht. Mehrfachmessungen werden berücksichtigt (sind in der Datenbank für viele Polymere vorhanden) und Anwendermessungen können hinzugefügt werden (was einem Zugewinn an Zuverlässigkeit bei der Zuordnung gleichkommt). Dank farblicher Hervorhebungen sind Übereinstimmungen auf den ersten Blick sichtbar, und bei Bedarf lassen sich für jeden einzelnen Peak weitere, in der Datenbank hinterlegte Informationen einblenden.

**Fazit:** Die „GERSTEL ChromIdent Pyro Edition“ ist ein Werkzeug, das sich dank der einfachen Erweiterung der Datenbank mit eigenen Chromatogrammen schnell allen individuellen Anforderungen anpassen lässt und die nicht zuletzt bei der Identifizierung zum Beispiel von Mikroplastikpartikeln in Umweltproben (s. Seite 10) wertvolle Dienste leistet.

Matching-Ergebnisse für eine Polystyrol-Probe (PS) gegen die GERSTEL-Pyro-Datenbank. Oben links: Spiegel-Overlay von Probe und Referenz aus der Datenbank. Unten links: Punktuelle Übereinstimmung der PS-Probe mit den Datenbankeinträgen PS und SBR. Unten rechts: Weitere Match-Infos von jedem einzelnen Peak der PS-Probe. Oben rechts: Darstellung eines Spiegel-Overlays des Massenspektrums des ausgewählten PS-Proben-Peaks mit dem Massenspektrum eines Peaks der Datenbank.



## GERSTEL-TD PLUS SIFT-MS-TECHNOLOGIE

Eine neue Gerätekombination garantiert beste Messleistungen in kürzester Zeit: Die hohe Empfindlichkeit, Selektivität und Echtzeitfähigkeit der Selected-Ion-FlowTube-(SIFT)-MS von SYFT Technologies wird mit der bemerkenswerten Flexibilität, Anreicherungskapazität und Effizienz des GERSTEL-TD 3.5<sup>+</sup> kombiniert. Das Ergebnis ist eine Empfindlichkeit im unteren ppb-Bereich mit Laufzeiten von unter fünf Minuten pro Probe. Die automatisierte Analyse von Thermodesorptionsröhrchen (TD) basiert auf dem bewährten GERSTEL-MultiPurposeSampler (MPS). Zudem lässt sich der MPS im Handumdrehen für die Headspace-Proben-

aufgabe (HS) konfigurieren. Durch die Aufnahme von 180 Proben (die Anzahl hängt ab von der Größe des Samplers) gewährleistet der MPS einen hohen Probendurchsatz in kürzester Zeit. Die MPS-TD-SIFT-MS-Gerätekombination eignet sich insbesondere für die Überwachung und Bestimmung von VOC-Emissionen aus Verpackungen und anderen Materialien sowie für die Analyse von Aromen, Duftstoffen, Innenraumluft und Restlösungsmitteln.



## DYNAMIC HEADSPACE DHS 3.5<sup>+</sup>



Der Einsatz des mit viermal mehr Sorten ausgestatteten neuen Dynamic Headspace-Systems 3.5<sup>+</sup> (DHS 3.5<sup>+</sup>) verbessert die Wiederfindung flüchtiger organischer Verbindungen (VOC) gegenüber Standard-DHS. Einsetzen lassen sich 3,5-Zoll-Sorptionsröhrchen beladen mit beispielsweise bis zu 240 mg Tenax TA. Die bessere Wiederfindung zieht eine höhere Genauigkeit sowie niedrigere Bestimmungsgrenzen beim Nachweis sehr flüchtiger Stoffe (VVOC) nach sich. Die Temperatur des Röhrchens während der Anreicherung lässt sich auf Werte zwischen 10 und 70 °C einstellen. Nach der Anreicherung ist ein

Trocknungsschritt möglich, um beispielsweise kondensiertes Wasser oder Alkohol zu entfernen. Die GC/MS-Bestimmung der Analyten erfolgt nach deren thermischer Desorption im Thermodesorber 3.5<sup>+</sup> (GERSTEL-TD 3.5<sup>+</sup>), und zwar mit dem GERSTEL-MultiPurposeSampler (MPS) vollständig automatisiert.

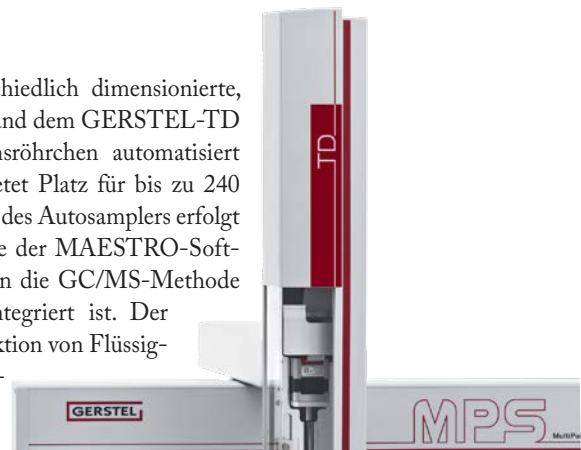
Der GERSTEL-MultiPurposeSampler verarbeitet bis zu 120 Proben inklusive individueller 3,5-Zoll-Röhrchen höchst effizient in einem Durchlauf.

Neben Vials von 10 und 20 mL Volumen lassen sich DHS-Behälter mit 250, 500 und 1000 mL Volumen automatisiert verarbeiten (DHS Large).

## MPS IN DER TD-VERSION

Der GERSTEL-MultiPurposeSampler (MPS) zeichnet sich durch sein hohes Maß an Flexibilität, Leistungs- und Adaptionfähigkeit in einem weiten Applikationsbereich aus. Aufgrund hoher Nachfragen hat GERSTEL nun auch eine MPS-Version auf den Markt gebracht, die speziell für die Bewältigung von Aufgaben im Bereich der Thermodesorption konzipiert wurde. Das neue MPS-TD-System dient der Automatisierung von thermischer Desorption, thermischer Extraktion und Dynamischer Headspace (DHS). Ausgestattet ist der MPS-TD mit

einem Greifer, der unterschiedlich dimensionierte, mit der GERSTEL-TDU und dem GERSTEL-TD 3.5<sup>+</sup> compatible Adsorbensröhrchen automatisiert verarbeitet. Das System bietet Platz für bis zu 240 TD-Proben. Die Steuerung des Autosamplers erfolgt schnell und intuitiv mithilfe der MAESTRO-Software von GERSTEL, die in die GC/MS-Methode und die Sequenztafel integriert ist. Der MPS-TD kann für die Injektion von Flüssigkeiten konfiguriert respektive nachgerüstet werden.





Epoxidierereinheit

LEBENSMITTELSICHERHEIT

# MOSH/MOAH-ANALYSE EFFIZIENT AUTOMATISIERT

GERSTEL-MPS-robotic-HPLC/GC-FID-Komplettlösung für die MOSH/MOAH-Analytik. Das dargestellte System beinhaltet die für die automatisierte Epoxidierung erforderliche Einheit.

Verbraucherschutz subsummiert alle Bestrebungen, Konsumenten von Gütern und Dienstleistungen vor Schaden zu bewahren. Dazu zählt die vorsorgliche Analyse auf mögliche Kontaminationen, die durch Verzehr oder im Hautkontakt Gesundheitsrisiken bergen. Obgleich ein Muss, erfordern die zu ergreifenden Maßnahmen der Qualitätssicherung die Investition von Arbeit, Zeit und Geld. Um Kosten und Nutzen in Einklang zu bringen und auch der erforderlichen hohen Produktivität und Messqualität Rechnung zu tragen, setzen Auftragslaboratorien zunehmend auf Automatisierung.

Aus Recyclingkarton hergestellte Verpackungsmaterialien sowie auch industrielle Herstellungs- und Verarbeitungsprozesse sind nicht selten die Quelle jener mineralölbasierten Kohlenwasserstoffe (Mineral Oil Hydrocarbons, MOH), die Lebensmittel und Konsumgüter kontaminieren und die Gesundheit des Verbrauchers beeinträchtigen können. Diese Art der Verunreinigung wird unterteilt in zwei Fraktionen: in MOSH (Mineral Oil Saturated Hydrocarbons) und MOAH (Mineral Oil Aromatic Hydrocarbons). Laut Europäischer Behörde für Lebensmittelsicherheit (EFSA) besitzen MOAH ein kanzerogenes Potenzial. MOSH wiederum reichern sich in menschlichen Gewebe an und können auch ein Gesundheitsrisiko darstellen. Aus toxikologischer Sicht und im Interesse des Verbrauchers sind daher Nahrungs- und Genussmittel sowie Lebensmittelkontaktmaterialien auf MOSH und MOAH zu untersuchen. [1] Wie effizient, produktiv und zuverlässig das Vorhaben vorstangeht, hängt nicht zuletzt von der Art und Weise der Analytik ab. Applikationsexperten haben nun eine Methode vorgestellt, die nicht allein für eine wirksame Automatisierung des komplexen Analysenprozesses sorgt, sondern gleichfalls einen Fokus auf eine effiziente, gleichsam anwenderfreundliche und sichere Auswertung der Messergebnisse legt [2].

### Zur MOSH/MOAH-Analytik

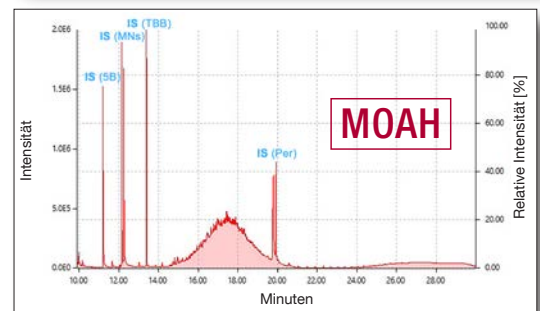
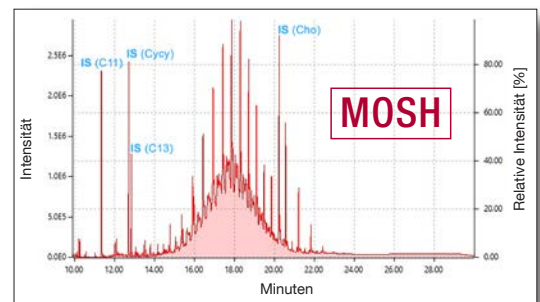
Im Wesentlichen, beschreibt es Karsten Schwarz, GERSTEL-Applikationsexperte, gehe es bei der MOSH/MOAH-Analytik darum, die Mineralölkohlenwasserstoffe aus der Probe zu extrahieren und mit einem geeigneten Verfahren zu analysieren [s. 3-6]. Die Bestimmung sei zudem durch eine Vielzahl an Prozessschritten gekennzeichnet, darunter zahlreiche Aufreinigungs- und Trennschritte, die erforderlich seien, um MOSH und MOAH aus der Matrix, sprich den natürlichen Bestandteilen der Probe, herauszulösen, in eine analysierbare Form zu überführen und anzureichern, so dass eine empfindliche Messung möglich wird. Dazu werden zunächst störende Matrixbestandteile wie Triglyceride entfernt.

Die Quantifizierung von MOSH/MOAH erfolgt mittels Gaschromatographie mit Flammenionisationsdetektion (GC-FID). MOSH und MOAH werden in der Regel getrennt voneinander, wohl aber zeitgleich analysiert, und zwar in einem Zwei-Kanal-GC-System. In Abhängigkeit von der Matrix sind

Prozessschritte zu ergänzen, um die resultierenden Chromatogramme zu bereinigen. Einige Proben sind vor der LC-Trennung zu epoxidieren. Damit wird das Ziel verfolgt, beschreibt Schwarz, die Polarität ungesättigter Polyene zu erhöhen, um ihre Affinität zum Säulenmaterial zu erhöhen und sie aus der Zielfraktion herauszuhalten. Abhängig vom Matrixgehalt ist die MOSH-Fraktion einer weiteren Aufreinigung zu unterziehen. Dazu wird diese Fraktion über aktiviertes Aluminiumoxid (ALOX) geleitet, dass mit n-Alkanen pflanzlichen Ursprungs wechselwirkt und sie zurückhält. Auf den Punkt gebracht: Die Bestimmung von MOSH/MOAH erweist sich, so man sie manuell ausführt, als überaus arbeits- und zeitintensiv. Für Auftragslaboratorien, die nicht die Qualität ihrer Messergebnisse allein, sondern auch die Produktivität im Blick haben müssen, führe die Automatisierung der Analytik zu einer signifikanten Steigerung ihrer Wertschöpfungskette, sagt der Applikationsexperte.

### Nutzenorientierter Entwicklungsansatz

Anders formuliert: Die manuelle Vorgehensweise bei der MOSH/MOAH-Bestimmung, wie sie im BfR-Kompodium [5] beschrieben ist, erweise sich in der täglichen Laborroutine als umständlich und ungünstig. Der Arbeits- und Zeitaufwand sei enorm, der Lösungsmittelsatz groß, ebenso die Wahrscheinlichkeit, dass Kontaminationen verschleppt werden, was sich im Routinebetrieb als nachteilig erweist. „Mit dem Ziel, Effizienz, Produktivität und Reproduzierbarkeit der MOSH/MOAH-Analytik zu verbessern, haben wir ein Komplettsystem für die vollständig automatisierte Analyse beider Fraktionen entwickelt, das alle Anforderungen erfüllt“, sagt Schwarz. Die Hardware bestehe demnach aus einem Agilent



Beispiel einer mit der online-gekoppelten MPS-robotic-HPLC-GC-FID-Kompletzlösung vollautomatisiert durchgeführte MOSH/MOAH-Analyse: Reis-Probe Ringversuch 2019 (oben MOSH, unten MOAH). Quelle: Labor Lommatzsch & Säger GmbH



Die Steuerung der Gerstel-MPS-robotic-HPLC/GC-FID-Kompletzlösung für die MOSH/MOAH-Analytik erfolgt aus einer Software heraus, und die Auswertung der Messergebnisse ist erheblich vereinfacht. (2 Darstellungen). Quelle: GERSTEL GmbH & Co. KG

1260 Infinity II LC-System und einem Agilent 8890 GC-System mit Flammenionisationsdetektor (FID); beide Chromatographie-Systeme sind über ein LC-GC-Interface (GERSTEL) mit einem Multi-Purpose-Autosampler (MPS) verbunden. Dessen modularer Aufbau erlaube die Anpassung je nach Aufgabenstellung: Das Basismodell (MPS-liquid), ausgestattet mit einem Arm, erfülle alle

Grundanforderungen der MOSH/MOAH-Analytik, für die häufig notwendigen Aufreinigungs- und Probenvorbereitungsschritte biete wiederum der MPS-robotic in der DualHead-Variante alle Möglichkeiten. Diese Autosampler-Variante umfasse alle Module, die für eine vollumfängliche automatisierte Probenvorbereitung unter anderem einschließlich der Epoxidierung nach Biedermann et al. [6] und Probenaufgabe erforderlich sei, etwa Zentrifuge, Vakuumeindampfstation, Vortexer, Kühler für Reagenzien und Proben sowie eine Waschstation für die Reinigung der Spritzen. Die in alle Raumrichtungen beweglichen Arme des MPS-robotic erlaubten die maximal effiziente und reibungslose Durchführung aller Schritte der Probenvorbereitung und Probenaufgabe. Optional lasse sich das System laut Schwarz auch um eine Ventilschaltung ergänzen, um die MOSH-Fraktion automatisch über ALOX aufzureinigen.

### Blickpunkt LC-GC-Kopplung

„Bei der Entwicklung der LC-GC Kopplung haben wir ein Augenmerk auf die Robustheit und die einfache Wartung des Gesamtsystems gelegt, um Standzeiten zu minimieren sowie die Effizienz der Analytik und die Produktivität des Labors zu erhöhen“, berichtet Karsten Schwarz. „Unsere Konzeption sieht

zum Beispiel einen raschen und einfachen Wechsel der eingesetzten (2x2) Säulen vor. Eine spezielle Metall dichttechnik sorgt für Langlebigkeit und Dichtigkeit des Systems auch nach mehrmaligem Trennen und wiederverbinden derselben Verschraubung/Dichtung.“ Der Anwender habe die volle Kontrolle über jeden Systemparameter; die Vorsäulen ließen sich effizient spülen und reinigen und ebenso einfach austauschen. Beim Dampf ausgang (GERSTEL-Early-Vapor-Exit, EVE) habe man zudem einen neuen Ansatz verfolgt: Ihr Konzept sieht vor, Ventile zu verwenden, die nicht aktiv beheizt sind. Das erlaubt u. a. einen einfachen und schnellen Austausch aller Kapillarsäulen, etwa zum Zweck der Lösungsmittel ausblendung über den EVE. Heiße Oberflächen werden vermieden, an denen sich Lösungsmitteldämpfe entzünden könnten. Eine integrierte Ventilspülung entferne Kondensate und stelle eine dauerhaft zuverlässige Funktion des EVEs sicher.

### Zu Details der Analyse

Applikationsexperte Schwarz beleuchtet den analytischen Hintergrund, und zwar nicht allein, um den Aufwand der Analyse zu skizzieren: „Aufreinigung und Auftrennung der Proben erfolgen mittels Flüssigchromatographie (LC) über Normalphase, also auf Basis von Polaritätsunterschieden. Die MOSH-Fraktion eluiert vor der MOAH-Fraktion mit einem Lösungsmittelgradienten bestehend aus n-Hexan und Dichlormethan (CH<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub>). Verbleibende Matrixbestandteile werden mit 100-prozentigem Dichlormethan in umgekehrter Richtung von der Säule gespült. Rekonditioniert und für die nachfolgende Analyse vorbereitet wird die Säule daraufhin mit n-Hexan. Nach der LC erfolgt eine UV-Detektion bei 230 nm. Dieser Schritt dient dem Zweck, die saubere Auftrennung der Fraktionen in der LC zu überprüfen und den vollständigen Transfer zur GC-Analyse sicherzustellen. Die UV-Messung lässt sich allerdings nicht zur Quantifizierung der Analyten nutzen, da die meisten Bestandteile der Fraktionen und auch die internen Standards [3] nicht ausreichend UV-aktiv sind.“

Nach der HPLC erfolge der Transfer der großvolumigen Fraktionen direkt in den Gaschromatographen (GC). Die Auslegung des GC als sogenanntes Dual Channel System (zwei Trennsäulen in einem GC-Ofen) ermögliche eine simultane MOSH/MOAH-Analytik. Zunächst diene das Säulensystem des Gaschromatographen der Aufkonzentrierung;



das Lösungsmittel werde verdampft und über einen speziellen Dampfausgang entfernt. Nach der GC-Trennung erfolge dann die Detektion der Analyten mittels FID, da dieser Detektortyp annähernd die gleiche massenabhängige Response für alle Kohlenwasserstoffe (MOSH und MOAH) liefert. Über einen Summenparameter (Total: C<sub>10</sub>-C<sub>50</sub>) mit einzelnen zusätzlichen Sektionen nach JRC Guidance [3] wird dann die Quantifizierung vorgenommen.

## Vorzüge der Automatisierung

Diese kurze Beschreibung lasse erahnen, fügt GERSTEL-Applikationsexperte Carlos Gil hinzu, welcher Einsatz an Arbeit und Zeit die MOSH/MOAH-Analytik binde, und sie lasse ebenfalls erahnen, wie groß das Risiko potenzieller Fehlerquellen ist: „Allein aus Gründen der Effizienz, Verlässlichkeit und Reproduzierbarkeit ist eine automatisierte Vorgehensweise vorzuziehen, und zwar nicht allein bei der MOSH/MOAH-Analytik“, sagt Gil. Obendrein spiele auch der Aspekt der Bedienerfreundlichkeit und Nachhaltigkeit in die Überlegung hinein, Analysenprozesse zu automatisieren [2].

Es helfe dabei, sagt Gil, Lösungsmittel einzusparen und auch dem Anwender Raum zu verschaffen, zum Beispiel für Methodenentwicklungen oder die Auswertung und Interpretation der Messwerte. Apropos: Die Steuerung aller Systemkomponenten, sprich Sampler, LC und GC, erfolge mit nur einer Software (GERSTEL-MAESTRO-Software), die vollständig in die weitverbreitete Openlab-CDS-Software (Agilent) integriert ist. Sie sei bedienerfreundlich und lasse sich intuitiv handhaben, sagt der Applikationsexperte.

Man habe auch die Datenauswertung vereinfacht, fügt Kasten Schwarz hinzu. Ein dezidiertes Workflow nehme den Anwender bei der Hand, vereinfache und standardisiere die sonst in der Routine oft mühsame und fehlerbehaftete Vorgehensweise. Schwarz berichtet, dass etwa bei der Analyse der Einzelsubstanzen scharfe Signalpeaks störend seien. Von Interesse sei vielmehr der „Buckel“ auf der Basislinie unterhalb der Peaks. Um diesen MOSH/MOAH-Hump quantifizieren zu können, seien die Peaks aus dem Chromatogramm zu entfernen. „Analytisch ist das nicht möglich, und die übliche manuelle Berechnung ist aufwendig“, schildert der Applikationsexperte. „Wir haben einen intelligenten Weg gefunden, die Peakberechnung zu umgehen und ausschließlich die Fläche des Buckels darunter zu integrieren. Zusätz-

liche manuelle oder gesonderte Kalkulationen sind nicht erforderlich. Einfacher und verlässlicher geht's nicht“, sind Schwarz und Kollegen überzeugt und gehen abschließend auf wichtige Fakten ein: „Unser automatisiertes MOSH/MOAH-Komplettsystem erfüllt alle an die Anwendung gestellten Vorgaben und Normparameter. Die Fraktionierung verläuft einwandfrei, die Wiederfindung der n-Alkane bis C<sub>50</sub> ist mit 98 Prozent relativ zu n-C<sub>20</sub> sehr gut. Es gibt keinen signifikanten Carry-Over (< 0,2 % relativ zu einer Injektion von 100 ng n-C<sub>50</sub>), und die Nachweisgrenze liegt in Lebensmitteln allgemein bei 0,5 mg/kg und unter 2,0 mg/kg bei Fetten und Pflanzenölen – ohne Aufreinigung.“

Darüber hinaus habe sich ihr System in der Praxis als routinetauglich erwiesen, und zwar in allen Belangen wie Arbeitssicherheit, Datenintegrität, intuitive Bedienung, Wartungsfreundlichkeit sowie in puncto signifikante Ergebnisse, auch wenn Anwender wenig vertraut seien mit der Anwendung und dem System. Schwarz: „Die von uns ermittelten Analysenergebnisse zeigen eine gute Übereinstimmung mit Referenzanalysen unabhängiger Laboratorien, die erfolgreich an Ringversuchen teilgenommen haben.“

Nicht zuletzt dürfe auch dieser Punkt nicht unerwähnt bleiben: „Erfolgreich getestet und in den Dienst gestellt wurde unsere onlinegekoppelte HPLC-GC-FID-Komplettlösung zum Nachweis von MOSH/MOAH unter anderem bei der Labor Lommatzsch und Säger GmbH. Das in Köln ansässige Forschungs- und Auftragslabor besitzt eine mehr als zehnjährige Erfahrung in der MOSH/MOAH-Analytik und unterstützt uns diesbezüglich als Schulungs- und Kompetenzpartner.“

## REFERENZEN

- [1] European Food Safety Authority (EFSA), Scientific Opinion on Mineral Oil Hydrocarbons in Food, EFSA Journal 2012;10(6):2704, <http://bit.ly/2TnvTWb>
- [2] Oliver Lerch, State of the Art Automated Sample Preparation for 3-MCPD, MOSH/MOAH, Glyphosate, PEth, and more, Webinar, 02. April 2020, sowie Interview mit Dr. Oliver Lerch, Karsten Schwarz und Carlos Gil.
- [3] DIN EN 16995 (Lebensmittel – Pflanzliche Öle und Lebensmittel auf Basis pflanzlicher Öle – Bestimmung von MOSH und MOAH mit on-line HPLC-GC-FID)
- [4] JRC Technical Reports: Guidance on sampling, analysis and data reporting for the monitoring of mineral oil hydrocarbons in food and food contact materials (in the frame of Commission Recommendation EU 2017/84), <http://dx.doi.org/10.2760/208879>
- [5] BfR Kompendium – Messung von Mineralöl-Kohlenwasserstoffen in Lebensmitteln und Verpackungsmaterialien, <https://www.bfr.bund.de/cm/343/messung-von-mineraloel-kohlenwasserstoffen-in-lebensmitteln-und-verpackungsmaterialien.pdf>
- [6] M. Biedermann, K. Fiselier und K. Grob, Aromatic hydrocarbons of mineral oil origin in foods: Method for determining the total concentration and first results, J. Agric. Food Chem. 57, p. 8711, 2009, DOI:10.1021/jf901375e, <https://doi.org/10.1021/jf901375e>

## EXTRAKTION MIT SCHWUNG

Am Anfang stand die Frage, ob sich eine miniaturisierte Extraktionstechnik finden und etablieren lässt, die der SPME vergleichbar ist, jedoch bessere Extraktionsleistung besitzt. Dieses Ziel wurde vor genau 20 Jahren mit der Stir Bar Sorptive Extraction (SBSE) erreicht, eine vom Research Institute for Chromatographie (RIC) entwickelte und von GERSTEL patentierte und kommerzialisierte Extraktionstechnik. Seit damals wurde und wird die SBSE stetig weiterentwickelt.

Der Hightech-Anbieter GERSTEL ist auf das Rührstäbchen gekommen. Drehen Sie jetzt durch? – Mit dieser provokanten Frage eröffnete GERSTEL Aktuell vor 20 Jahren in Ausgabe 24 ein Interview mit Ralf Bremer, dem technischen Geschäftsführer des Unternehmens. Anlass für das Gespräch bot die Markteinführung des patentierten GERSTEL-Twisters. Hierbei handelt es sich um ein spezielles Rührstäbchen für Magnetrührer, dessen Glaskörper mit einer Schicht aus Polydimethylsiloxan (PDMS) ummantelt ist und das für die vom RIC im belgischen Kortrijk entwickelte Stir Bar Sorptive Extraction (SBSE) als Medium für die Anreicherung unpolarer bis mittelpolarer organischer Verbindungen aus seinerzeit vornehmlich wässrigen Matrices vorgesehen war.

Die SBSE beziehungsweise der Einsatz des Twisters erfolge ohne aufwendige und zeitraubende Probenvorbereitung und ohne den Einsatz von sonst üblicherweise erforderlichen, zum Teil toxischen Lösungsmitteln. Zudem erlaube der Twister eine um bis zu 1000-fach empfindlichere Analytik als die Festphasenmikroextraktion (SPME).

Diese Beschreibung ließ die Fach-

welt aufhorchen. Sie wird seitdem nicht müde, etablierte SPME-Methoden auf den Prüfstand zu stellen und neue Applikationen für die SBSE zu erschließen: Seit der Markteinführung des Twisters wurden mehr als 900 wissenschaftliche Arbeiten in anerkannten Fachmagazinen publiziert, die den Einsatz der SBSE und des Twisters in unterschiedlichen Anwendungsfeldern thematisieren [1].

Über die Zeit hat sich die Analysetechnik verändert. Sie ist leistungsfähiger geworden. In vergleichbarer Weise hat auch die SBSE einen Wandel erfahren. Neben der klassischen SBSE haben sich SBSE-Varianten unter Einsatz eines oder mehrerer Twister, differenter Phasen und Extraktionsbedingungen als effiziente Lösungen zur Bestimmung einer großen Bandbreite verschiedenster Verbindungen oder bestimmter Verbindungsklassen in flüssigen, viskosen und gasförmigen Matrices etabliert.

### Miniaturisierung und Automatisierung im Blick

Während der 1980er Jahre arbeiteten Forscher an der Entwicklung miniaturisierter Probenvorbereitungsmethoden auf der Basis von Sorptions- und Verteilungsmechanismen. In den meisten Fällen kamen zur Extraktion flüchtiger organischer Verbindungen aus gasförmigen und wässrigen Proben offene, röhrenförmige, innen mit Silikon beschichtete Kapillaren zum Einsatz. Nach der Probennahme wurden die angereicher-



ten Stoffe thermisch desorbiert und mittels Kapillargaschromatographie analysiert. Die erzielten Ergebnisse seien zwar interessant gewesen, berichten David et al. [1]. Allerdings habe sich die vornehmlich manuelle Vorgehensweise als arbeitsintensiv erwiesen, außerdem seien hausgemachte Kapillaren sowie ein speziell angepasstes analytisches Equipment vonnöten gewesen. Der Weg zu mehr Effizienz in puncto Extraktion und Analytik ließ sich zehn Jahre später mit der Entwicklung der Festphasenmikroextraktion (SPME) durch Janusz Pawliszyn [2, 3] beschreiten.

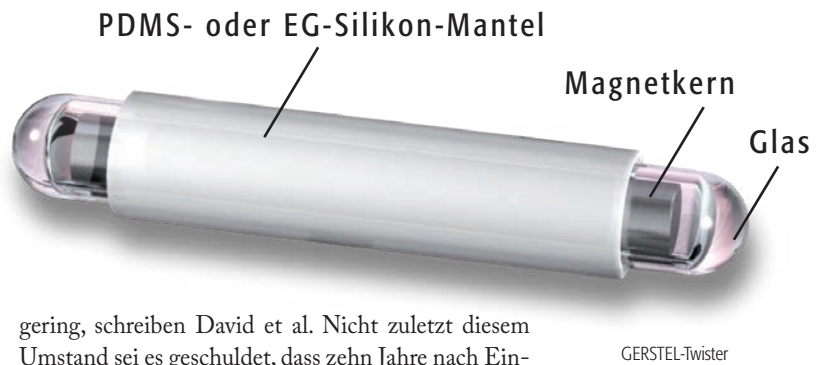
Die Anreicherung organischer Verbindungen erfolgt bei der SPME mit einer äußerlich beschichteten Faser, die in die (meist wässrige) flüssige Probe (Immersions-SPME) eingetaucht oder im Headspace über einer festen oder flüssigen Probe (Headspace-SPME) positioniert wird. Richtungsweisend für den Routinebetrieb war die Tatsache, dass sich die SPME mit einem geeigneten Roboter automatisieren ließ – heute gängige Praxis in analytischen Laboratorien. Von Bedeutung für die SPME war zudem auch die Verwendung von Polydimethylsiloxan (PDMS) als Extraktionsphase.

### Leistungsträger PDMS

Das Polymer PDMS besitzt für analytische Zwecke überaus günstige Eigenschaften. Es eignet sich seiner Natur nach insbesondere zum Nachweis unpolarer bis mittelpolarer organischer Verbindungen ( $\log K_{O/W} > 3$ ). PDMS ist vergleichsweise unpolar und hat eine flüssige sowie gleichsam feste (viskose) Konsistenz, die in einem weiten Temperaturbereich stabil ist. PDMS lässt sich dem Grunde nach auch als flüssige Phase begreifen und der Anreicherungsprozess, bezogen auf eine wässrige Probe, als Flüssig-Flüssig-Extraktion. Die Extraktionsleistung wird beeinflusst durch das Verhältnis von Proben- und Sorptionsphasenvolumen einerseits und dem Verteilungskoeffizienten zwischen PDMS und Wasser andererseits, schreiben David et al. [1]. Der Koeffizient gleiche für viele Substanzen dem Oktanol-Wasser-Verteilungskoeffizienten ( $K_{O/W}$ ), der oft als logarithmischer Wert ausgedrückt wird ( $\log K_{O/W}$  oder  $\log P$ ). Es braucht etwas Zeit, bis sich ein Gleichgewicht eingestellt hat. Ist dieses Gleichgewicht erreicht, lässt sich die theoretische Wiederfindung aus dem Phasenverhältnis und dem  $K_{O/W}$  ableiten, erläutern die Wissenschaftler. Soweit dieser kurze theoretische Exkurs.

### Alles eine Frage der Kapazität

Bei aller Güte besitzt die SPME eine Schwachstelle: Das Volumen der Extraktionsphase ist aufgrund der verwendeten Fasergröße und -oberfläche relativ



gering, schreiben David et al. Nicht zuletzt diesem Umstand sei es geschuldet, dass zehn Jahre nach Einführung der SPME die Stir Bar Sorptive Extraction (SBSE) und der Twister an den Start gingen:

Der Twister bietet seiner Geometrie wegen nicht nur den Vorzug einer der SPME gegenüber deutlich großvolumigeren Sorptionsphase, was die hohe Empfindlichkeit der SBSE begründet; kommerziell verfügbar sind gegenwärtig PDMS-Twister mit 24, 47, 63 oder 126  $\mu\text{L}$  PDMS. Zudem beflügelt die gleichsam einfache wie effiziente Handhabung des Twisters den Erfolg der SBSE:

Die Extraktion der Analyten erfolgt bei der klassischen SBSE, während der Twister – seiner Natur nach ein „Rührfisch“ – die Probe durchmischt. Anschließend wird der Twister der Probe entnommen, trocken getupft, in ein Glasröhrchen überführt und mittels GERSTEL-MultiPurposeSampler (MPS) in Verbindung mit der GERSTEL-ThermalDesorptionUnit (TDU) oder dem GERSTEL-ThermalDesorptionSystem (TDS/TDSA) automatisiert in einem Trägergasfluss thermisch desorbiert, wobei die Analyten freigesetzt und in ein GC/MS-System überführt werden – vollständig und lösungsmittelfrei, wie David et al. nicht müde werden zu betonen.

### Anforderungen stoßen Veränderung an

Zu Anfang wurde der PDMS-Twister vor allem in der Lebensmittel- und Umweltanalytik eingesetzt, etwa zur Bestimmung von Aroma-, Geschmacks- und Schadstoffen wie PAKs, PCBs oder Pestiziden; wohlgernekt Verbindungen mit einem  $\log K_{O/W} > 3$ .

Um auch stärker polare Verbindungen mit einem  $\log K_{O/W} < 3$  in unterschiedlichen Matrices bestimmen zu können, wurden verschiedene Methoden der *In-situ*-Derivatisierung entwickelt. Einen Schritt in eine weitere neue Richtung bedeutete es, den Twister nach Extraktion der Analyten einer Flüssigextraktion zu unterziehen, um das resultierende Extrakt flüssigchromatographischen (LC) und auch anderen analytischen Trenntechniken zuzuführen.

Der Twister wurde im Headspace-Modus (Headspace-Sorptive-Extraction, HSSE) über flüssigen und festen Proben eingesetzt. Er diente als passiver Probensammler bei der Analyse von Luft. Eine neue Stufe nahm die SBSE schließlich mit Einführung

der Ethylenglykol-Silikon-Phase (EG-Silikon-Twister), die in Ergänzung mit dem PDMS-Twister den Nachweis einer deutlich größeren Bandbreite polarer Verbindungen, insbesondere Wasserstoffdonatoren, aus den unterschiedlichsten Matrices ermöglicht.

## Kombinationen öffnen das Tor der Möglichkeiten

Endlich eröffnete auch die Kombination verschiedener Twister-Phasen und Extraktionsparameter weiteres Potenzial. Bei der Multi-SBSE (<sup>m</sup>SBSE) [4] etwa kommen sowohl der PDMS- als auch der EG-Silikon-Twister zum Einsatz: Während der PDMS-Twister die Probe in klassischer Weise wie ein Rührfisch durchmischt und dabei die in Lösung befindlichen hydrophoben Analyten extrahiert, wird der EG-Silikon-Twister innen mit einem magnetischen Clip (GERSTEL-Twicester) an der Seitenwand des Vials befestigt. Nach Abschluss der Extraktionszeit werden beide Twister dem Vial entnommen und zugleich in der GERSTEL-ThermalDesorptionUnit (TDU) thermisch desorbiert.

Der Einsatz beider Twister-Typen ermöglicht die gleichmäßige Anreicherung von Verbindungen eines weiten Polaritätsbereichs. Für die Extraktion (und Analyse) bestimmter hydrophiler/polarer gelöster Stoffe kann die SBSE auch in Verbindung mit einer *In-situ*-

Derivatisierung (derivat-SBSE) eingesetzt werden. Bereits in früheren Arbeiten wurden zwei Twister-Rührstäbchen in unterschiedlichen Medien eingesetzt, also in derselben Probe, allerdings bei unterschiedlichen Bedingungen, etwa in puncto pH-Wert und Salzgehalt (Sequentielle-SBSE). Auch hierdurch war es gelungen, etwa Pestizide mit niedrigem und hohem  $K_{OW}$  auch im Bereich sehr niedriger Konzentrationen (sub- $\mu\text{g/L}$ ) in wässrigen Proben in einem GC-Lauf zu bestimmen [6].

## Aktuelle SBSE-Variationen im Fokus

Zu den neuesten SBSE-Variationen, bei denen jeweils mit dem PDMS-Twister gearbeitet wird, gehören die sogenannte lösungsmittelgestützte SBSE,

kurz SA-SBSE genannt, sowie die ICECLES. In beiden Fällen erfolgt eine Modifikation des Phasenverhältnisses: Bei der ICECLES wird das Phasenverhältnis der wässrigen Probe dahingehend verändert, dass sie nach und nach eingefroren wird und der Twister die resultierende Schmelze extrahiert. In diesem Prozess wird das Matrixwasser ausgefroren, während sich die darin gelösten Stoffe allmählich in der Schmelze konzentrieren. ICECLES habe sich bereits erfolgreich zur Bestimmung von Triazinpestiziden in Oberflächenwasser sowie von Duft- und Geschmacksstoffen in grünem Tee einsetzen lassen, berichten David et al.

Den Nutzen, den das Erhitzen der Proben, im Gegensatz zum Einfrieren, während der Extraktion mit sich bringt, dokumentieren Lerch et al. [7]. Diese Vorgehensweise erlaube es, an Partikel adsorbierte Analyten in wässrigen Proben zu bestimmen.

Bei der SA-SBSE wiederum wird die PDMS-Phase durch Zusatz eines Lösungsmittels aufgequollen. Das Volumen der Sorptionsphase vergrößert sich hierbei nicht nur. Gleichzeitig verändere sich auch die Polarität des Sorbens, wodurch sich die Wiederfindung von polaren Stoffen verbessern ließe, schreiben David et al. Der Einsatz der SA-SBSE habe sich unter anderem bei der Bestimmung von Aromastoffen und Pestiziden sowie im Zuge biomedizinischer Anwendungen bewährt.

## Blick zurück in die Zukunft

Zu guter Letzt erhält Prof. Dr. Pat Sandra vom RIC das Wort, der maßgeblich an der Entwicklung der SBSE beteiligt war. Der Emeritus lenkt die Aufmerksamkeit auf die wohl wichtigsten Merkmale und Mehrwerte der SBSE: „Bei der SBSE handelt es sich um eine ‚grüne‘ Probenvorbereitungstechnik, die ohne Lösungsmittel auskommt, die Wiederfindung der Analyten lässt sich aus dem  $\log\text{-}K_{OW}$ -Wert ableiten, ist damit vorhersehbar, die Detektionsgrenzen sind sehr niedrig (ppq wurde im Zusammenhang mit dem Nachweis zinnorganischer Verbindungen genannt), die Reproduzierbarkeit ist exzellent, die Verfügbarkeit verschiedener Methoden der *In-situ*-Derivatisierung ermöglicht den Nachweis von Verbindungen mit niedrigen  $\log\text{-}K_{OW}$ -Werten und führt zu einer Verbesserung der chromatographischen Bestimmbarkeit. Die SBSE lässt sich auf eine Vielzahl von Matrices anwenden und erfordert in der Regel nur ein Minimum an Probenvorbereitungsschritten, unter anderem auch, weil eine weitere Aufreinigung im Anschluss nicht erforderlich ist. Da ein Twister wiederverwendbar ist, erweist sich die SBSE auch aus ökonomischer Sicht als sinnvoll und nützlich.“

## REFERENZEN

- [1] F. David, N. Ochiai und P. Sandra, Two decades of stir bar sorptive extraction: A retrospective and future outlook, Trends in Analytical Chemistry 112 (2019) 102-111, DOI: 10.1016/j.trac.2018.12.006, <http://bit.ly/2VCFEBA>
- [2] C. Arthur, J. Pawliszyn: Solid phase microextraction with thermal desorption using fused silica optical fibers, Analytical Chemistry 62 (1990) 2145-2148, DOI: 10.1021/ac00218a019, <http://bit.ly/2uHCTnd>
- [3] J. Pawliszyn, Solid Phase Microextraction – Theory and Practice, Wiley-VCH, New York/Weinheim 1997, ISBN 0-471-19034-9
- [4] N. Ochiai, K. Sasamoto, T. Ieda, F. David und P. Sandra, Multi-stir bar sorptive extraction for analysis of odor compounds in aqueous samples, Journal of Chromatography A 1315 (2013) 70-79, DOI: 10.1016/j.chroma.2013.09.070, <http://bit.ly/2VzUvMU>
- [5] Frank David und Pat Sandra, Stir bar sorptive extraction for trace analysis, Journal of Chromatography A 1152 (2007) 54-69, DOI: 10.1016/j.chroma.2007.01.032, <http://bit.ly/2PEe7eZ>
- [6] N. Ochiai, K. Sasamoto, H. Kanda, T. Yamagami, F. David, B. Tienpont und P. Sandra, Optimization of a multi residue screening method for the determination of 85 pesticides in selected food matrices by stir bar sorptive extraction and thermal desorption GC-MS, Journal of Separation Science 28 (2005) 1083-1092, DOI: 10.1002/jssc.200500017, <http://bit.ly/3ajtsti>
- [7] O. Lerch, J. Zboron, K. Brady und J.-L. Aybar, Highly Sensitive Determination of Contaminants in Surface Water in the Context of the EU Water Framework Directive using Stir Bar Sorptive Extraction (SBSE) and GC-MS/MS, GERSTEL Application Note 196 (2018), <http://bit.ly/2Tdz02U>

OLFACTORY DATA INTERPRETER

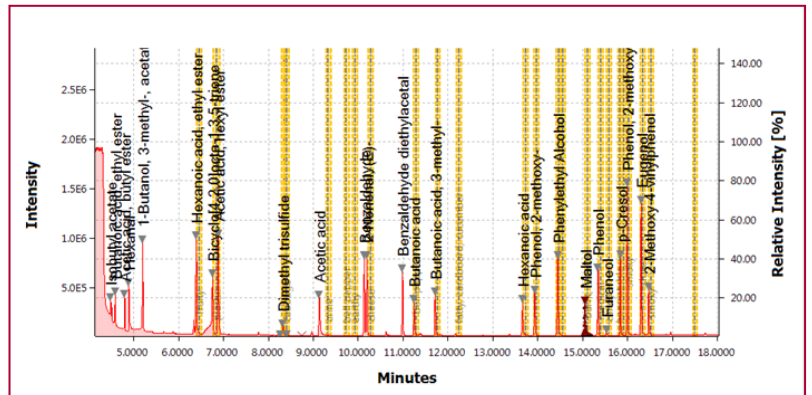
# GC/O-DATEN BEWERTEN LEICHT GEMACHT

GERSTEL hat mit dem „Olfactory Data Interpreter“ (ODI) eine Softwarelösung entwickelt, mit der sich GC/O-Daten einfacher als bisher analysieren und auswerten lassen.

Der GERSTEL-Olfactory-Data-Interpreter (ODI) erlaubt eine schnelle und zuverlässige Auswertung olfaktorischer Informationen und damit die Identifizierung unbekannter geruchsaktiver Verbindungen. Chromatographiedaten, die mittels eines Massenspektrometers (MSD) oder eines Flammenionisationsdetektors (FID) in Kombination mit einem GERSTEL-OlfactoryDetectionPort (ODP) aufgezeichnet wurden, werden nach dem Starten der Software ins Programm geladen. Der ODI überprüft, erkennt und importiert passende Datenformate automatisch. Importiert werden auch die vom Anwender mit dem „Olfactory Intensity Device“ (im Zuge des Abriechens mit dem ODP) manuell registrierten Einschätzungen der Geruchsintensitäten sowie die zeitgleich von einer Spracherkennungssoftware aufgezeichneten gesprochenen Geruchseindrücke.

Dieser Strauß an Informationen wird von der ODI-Software übersichtlich dargestellt, und zwar sowohl als Olfaktogramm und Chromatogramm als auch tabellarisch. Der Anwender erhält einen detaillierten Überblick über die während der Geruchsanalyse aufgezeichneten Signale, über die für die Bewertung der GC/O-Daten erforderlichen Parameter wie Retentionszeiten, Retentionsindices (RI) und GC/O-Intensitäten sowie über die olfaktorischen Deskriptoren, also die aufgezeichneten verbalisierten Geruchseindrücke. Die gespeicherten Audiofiles lassen sich nachträglich aufrufen und anhören. Sofern sich Veränderungen zum ersten Geruchseindruck ergeben haben, können die verschrifteten Geruchsimpresionen editiert und modifiziert werden. Ähnlich verhält es sich mit den MS-Scan-Daten. Das Resultat der Datenbanksuche lässt sich mit den von der ODI-Software errechneten Retentionsindices (RIs) abgleichen. Zur Bewertung olfaktorischer Informationen und zur Ermittlung von Schlüsselverbindungen eines Geruchseindrucks stellt der Olfactory Data Interpreter dem Anwender mehrere hilfreiche Funktionen zur Verfügung:

**Kumulative Olfaktogramme:** Wird eine Probe in verschiedenen Verdünnungen mit der GC/O vermessen, lassen sich die resultierenden Olfaktogramme



komfortabel in der ODI-Software kumulieren, spricht der ODI addiert die jeweiligen Geruchsintensitäten zu einem Gesamtwert. Die Substanzen, die auch in der höchsten Verdünnung noch geruchsaktiv respektive oberhalb der Geruchsschwelle wahrgenommen werden, liefern im kumulativen Olfaktogramm die größten Signalhöhen. Die Funktion „Kumulative Olfaktogramme“ gibt dem Anwender also auf eine schnelle und zuverlässige Weise Auskunft darüber, welche Verbindungen auch in geringer Konzentration den Geruchseindruck prägen und somit zu den potentesten geruchsaktiven Komponenten in der Probe zählen.

**Aromaextraktverdünnungsanalyse (AEDA):** Die ODI-Software ermöglicht die effiziente Auswertung der klassischen Aromaextraktverdünnungsanalyse (Aroma Extract Dilution Analysis, AEDA) mit definiertem Verdünnungsfaktor (Flavor Dilution, FD). Der ODI führt alle Berechnungen durch und ermittelt den FD, dessen Höhe der Intensität einer am Geruch beteiligten Substanz entspricht. Die Software überführt die ermittelten Informationen in einen druckfähigen Report.

**Panel-Analyse:** Wird eine Probe von mehreren Anwendern im Rahmen einer Panel-Analyse olfaktorisch untersucht, lässt sich aus dem vorhandenen Datenmaterial ermitteln,



Sie haben eine Nase für Aromen und einen Sinn für Hygiene und Sicherheit? Profitieren Sie jetzt vom neuen ODP 4 und der ODI-Software. Mehr zum Upgrade unter [www.gerstel.de](http://www.gerstel.de) oder per E-Mail an [info@gerstel.de](mailto:info@gerstel.de)



welcher Geruchseindruck von allen Panellisten wahrgenommen wurde. Diese Information kann sich bei der weiteren Analyse und Aromaidentifizierung als sehr hilfreich erweisen; sie von Hand zu generieren, ist mit einem erheblichen Arbeits- und Zeitaufwand verbunden. Der Olfactory Data Interpreter führt die Auswertung der Panel-Analyse auf Mausklick durch und liefert im Nu die Detektionsfrequenz jeder Verbindung.

**MS-Bibliothekssuche:** Die ODI-Software integriert zahlreiche Funktionen bezüglich Extraktion, Aufreinigung und Interpretation von Massenspektren. Die Spektrenerkennung erfolgt unter Hinzuziehung existierender Bibliotheken unterschiedlicher Dateiformate. Die Experten aus dem GERSTEL-Applikationslabor empfehlen die NIST-AMDIS-Software, die aus der ODI-Software heraus aufgerufen wird; sie erlaubt eine Dekonvolution der Daten.

**Fazit:** Der GERSTEL-ODI unterstützt auf einfache und effiziente Weise die rasche Aufklärung und Identifizierung unbekannter, mittels GC/O-Analyse ermittelter geruchsaktiver Verbindungen. In Bezug auf die Handhabung und Verarbeitung von GC/O-Daten bietet der Olfactory Data Interpreter (ODI) jene Toleranzbreite und Flexibilität, die erforderlich ist, um die analytischen Unschärfen wirksam und zielgerichtet zu handhaben, die sensorischen Analysen typischerweise innewohnen. Für die Auswertung von GC/O-Daten sowie für die Bestimmung und Identifizierung unbekannter geruchsaktiver Verbindungen erweist sich die GERSTEL-ODI-Software als nützliches, wirksames und effizientes Tool.



## High-Performer ODP 4

GERSTEL hat den führenden „Olfactory Detection Port“ (ODP) aus Sicht der Anwender auf den Prüfstand gestellt, nach neuesten Gesichtspunkten überarbeitet und neu aufgelegt: Der ODP 4 bietet den Anwenderinnen und Anwendern interessante Neuheiten. Die Arbeitsposition des ODP 4 ist zum Beispiel frei wähl- und fixierbar, was die Ergonomie der sensorischen Bewertung von Duftstoffen mit der Nase parallel zur MS-Detektion positiv beeinflusst. Das neue Design ermöglicht ein angenehmeres Arbeiten, und zwar nicht zuletzt aufgrund einer bauartbedingten niedrigen Oberflächentemperatur, auch ohne Glastrichter, was eine empfindlichere Wahrnehmung bei kleinerem Make-up-Gasfluss ermöglicht. Die Nasenpositionierungsmarke lässt sich mühelos den individuellen Erfordernissen anpassen: Die Nase kann optimal platziert werden, was nicht zuletzt Brillenträger sehr zu schätzen wissen. Darüber hinaus verfügt der neue ODP 4 auch über die herausragenden Stärken des ODP 3; dazu zählt der problemlose Transfer von Hochsiedern.

Die „Sniff & Trap“-Option erlaubt das gezielte Einfangen von Analyten an jeder beliebigen Stelle im Chromatogramm auf einem Thermodesorptionsröhrchen. Im Lieferumfang enthalten ist der GERSTEL-Olfactory-Data-Interpreter (ODI), der eine schnelle und zuverlässige Zuordnung und Identifizierung von Gerüchen ermöglicht (s. Seite 29).



Die GERSTEL GmbH & Co. KG ist ein international tätiges, mittelständisches, familiengeführtes Technologieunternehmen. Mit unseren rund 200 Mitarbeiterinnen und Mitarbeitern entwickeln, produzieren und vertreiben wir hochwertige automatisierte Analysensysteme für die GC (GC/MS) und LC (LC/MS). Wir expandieren und suchen Sie nächstmöglich als einen von drei versierten

## Servicetechnikern (w/m/d)

zur Erweiterung unseres Serviceteams für die Einsatzbereiche Süddeutschland, Österreich und der Schweiz.

### Ihre Aufgabe

- selbstständige und eigenverantwortliche Installation und Wartung von GERSTEL-Geräten und -Systemen vor Ort bei Kunden und Partnern des Unternehmens
- erstellen und pflegen von Service-Dokumenten

### Wir erwarten

- abgeschlossene Laboranten-, Techniker- oder Ingenieursausbildung oder eine vergleichbare Qualifikation
- mehrjährige Erfahrung im Umgang mit GC-Systemen, idealerweise auch mit HPLC-Systemen
- rasche Auffassungsgabe und ein solides Verständnis chemisch-analytischer Hintergründe und Zusammenhänge
- technisches Geschick in der Handhabung, Installation und Wartung automatisierter Analysengeräte
- effiziente analytische Vorgehensweise bei der Bewältigung technischer Aufgabenstellungen
- akkurate, strukturierte und zuverlässige Arbeitsweise
- sicheres und souveränes Auftreten
- teamfähigkeit
- Deutsch und Englisch in Wort und Schrift

### Sie erwartet

- eine fundierte Einarbeitung in die von Ihnen betreuten Geräte und Systeme
- ein vielseitiges Aufgabengebiet mit hoher Eigenverantwortung
- ein Ihrer Qualifikation entsprechendes attraktives Gehalt
- Entwicklungs- und Weiterbildungsmöglichkeiten
- flache Hierarchien, kurze Entscheidungswege
- ein gutes Betriebsklima in einem engagierten und kompetenten Team

### Sind Sie interessiert?

Für eine erste Kontaktaufnahme steht Ihnen unser Serviceleiter Herr Walter Merten zur Verfügung. Ihre schriftliche Bewerbung einschließlich entsprechend aussagekräftiger Unterlagen sowie Ihrer terminlichen Verfügbarkeit und Gehaltsvorstellung senden Sie bitte per E-Mail an [gerstel@gerstel.de](mailto:gerstel@gerstel.de).

### GERSTEL GmbH & Co. KG

GERSTEL ist ein international anerkannter Experte für die Automatisierung der GC (GC/MS)- und LC (LC/MS)-Probenvorbereitung und -Probenaufgabe. Wir entwickeln, produzieren und vertreiben automatisierte Analysensysteme mit integrierter, dem Bedarf perfekt angepasster Steuerungssoftware. Der Firmensitz mit Hard- und Software-Entwicklung, Produktion, Applikations- und Schulungszentrum befindet sich in Mülheim an der Ruhr.

### Märkte

- Nahrungs- und Genussmittel
- Getränke
- Aroma und Duftstoffe
- Forensische Toxikologie
- Materialemissionen/ Polymeranalytik
- (Trink-)Wasser und Umweltanalytik
- Biotechnologie und Pharmazie
- Doping-Analytik
- Metabolomics

### Kontakt

GERSTEL GmbH & Co. KG  
Eberhard-Gerstel-Platz 1  
45473 Mülheim an der Ruhr  
Telefon +49 208 76503-0  
E-Mail: [gerstel@gerstel.de](mailto:gerstel@gerstel.de)



## Herausgeber

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

## Redaktion

Redaktionsbüro GDeußing  
Guido Deußing (GD)  
www.presetextkom.de  
guido.deussing@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 · 10/2020



DIALOGPOST

Ein Service der Deutschen Post

ALLEMAGNE Port payé

## e-Newsletter



## Immer bestens informiert

Abonnieren Sie unseren elektronischen Newsletter! Mit dem GERSTEL-eNewsletter 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](http://www.gerstel.de)



## Im Internet

**GERSTEL online:** Hinweise zu Produkten, Terminen, Veranstaltungen und Applikationen sowie weitreichende Informationen über das Unternehmen und seine kundensorientierten Lösungen finden Sie im In-

ternet unter [www.gerstel.de](http://www.gerstel.de). Dort finden Sie unter anderem auch die vorliegende GERSTEL Aktuell sowie die PDF-Dateien vieler weiterer Schriften des Unternehmens zum Herunterladen.

**MEHR INFOS:**  
[www.gerstel.de/de/Online-Seminare.htm](http://www.gerstel.de/de/Online-Seminare.htm)

Folgen Sie uns:

[www.gerstel.de](http://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 Shanghai Co. Ltd  
+86 21 50 93 30 57  
china@gerstel.com

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



Agilent Technologies  
Premier Solution Partner