

## Festphasen-Extraktion von Tetracyclin Rückständen aus Rindermuskel

### Material

- BEKOLut® Leox® SPE-Säulen, 60mg/3mL ( Bestellnummer: B03-P01-A006 )
- Methanol z.A.
- Zitronensäure
- Di-Natriumhydrogenphosphat
- EDTA-Natrium
- Wasser f.d. HPLC
- Tetracyclin Standardsubstanzen (Tetracyclin, Oxytetracyclin, Chlortetracyclin, Doxycyclin und die entsprechenden Epimere)
- McIlvaine-EDTA Puffer: 10,5g Zitronensäure und 14g di-Natriumhydrogenphosphat wurden in 560mL Wasser gelöst. In dieser Lösung werden 20g EDTA-Na

### Methode

5g homogenisierter Rindermuskel werden in 50 mL Falcon Tubes eingewogen und analog folgender Tabelle dotiert. Die Dotierlösung enthält die entsprechenden Tetracycline und deren Epimere in einer Konzentration von 10 µg / mL in Methanol gelöst

Standard	Spikevolumen (c= 10µg/mL)	Konzentration (µg/kg)
S0	0	0
S1	12,5	25
S2	25,0	50
S3	50,0	100
S4	75,0	150
S5	100,0	200
S6	125,0	250

Es werden 10 mL Puffer zugegeben und homogenisiert (Vortexer, Rundschüttler). Das Homogenisat wird für 5 min. bei 10 °C und 3000g zentrifugiert.

Der Überstand wird abdekantiert und für die Festphasenextraktion weiterverwendet. Gegebenenfalls kann der Überstand membranfiltriert werden.

### Festphasen-Extraktion

Waschen	6 mL Methanol
Konditionieren	4 mL Wasser
Die Kartusche darf nach	dem Konditionieren nicht trocken laufen,
Probe aufgeben	2 mL Aliquot (entsprechend 1g Muskelmaterial)
Waschen	3 mL Wasser
Trocknen	Kartusche im Vakuum trocknen
Eluieren	5 mL Methanol mit 0,2% Essigsäure

Das Eluat wird bei 40 °C im Stickstoffstrom eingedampft und der Rückstand in 500µL Acetonitril : Wasser : Essigsäure (90 : 10 : 0,1) aufgenommen. Nach Filtration über Membranfilter 0,45µ ist die Probe messfertig

Die vorgestellte Methode eignet sich hervorragend für den Einsatz in der Lebensmittelanalytik.