

100 % BEKOLut® Leox® - der neue Allrounder für die SPE. 3 Fliegen mit einer Klatsche - Sulfonamide, Tetracycline und Chinolone in einem Run.

Die polymere Festphase BEKOLut®Leox® aus dem Hause der BEKOLut GmbH & Co. KG ist die neue, ultimative, kostengünstige Alternative, wenn es um die Anreicherung von Pestiziden und Pharmaka in wässrigen und biologischen Matrices geht. Am Beispiel der Extraktion von Sulfonamiden, Tetracyclinen und Chinolonen, die in einem Durchgang an BEKOLut® Leox® aus Muskelfleisch angereichert werden (in Anlehnung der Aufarbeitung nach Malisch), wird im Folgenden die Leistungsfähigkeit der neuen Polymerphase aufgezeigt.

Methode

5 g homogenisierter Rindermuskel werden in 50 mL Falcon Tubes eingewogen und dotiert. Es werden 10 mL Puffer zugegeben und homogenisiert (IKA Ultra Turrax). Das Homogenisat wird für 5 min bei 10 °C und 3000 g zentrifugiert. Der Überstand wird dekantiert und ein Aliquot für die Festphasen-Extraktion weiterverwendet.

Festphasen-Extraktion

stationäre Phase	BEKOLut® Leox®, 3 mL/60 mg (Best.Nr.: B03-P01-A006)
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 500 µL mobiler Phase aufgenommen. Nach Filtration über 0,45µm-Membranfilter ist die Probe messfertig. Die Untersuchung erfolgt mittels HPLC-MSMS.

Ergebnis

Mit der angewandten Methodik wird eine **sehr gute Wiederfindung** der verschiedenen Sulfonamide, Tetracycline und Chinolone erzielt. Die **Linearität** über den gewählten Messbereich ist ebenfalls **sehr gut**.

Durch weitere Optimierung der Probenmenge, der Wasch- und Elutionsschritte ist eine Anpassung an speziellere Bedürfnisse möglich. Bei dem gewählten Untersuchungssystem sind keine störenden Matrixeinflüsse zu erkennen. Die Verschmutzung der ESI Quelle ist ebenfalls sehr gering, was die hohe Qualität der Probenvorbereitung weiter untermauert. Ebenso zeigt das verwendete BEKOLut® Leox® sehr geringe Untergrundsignale, weist also eine sehr hohe Reinheit auf.

Zusammenfassung

Mit der vorgestellten Methodik sind die geforderten Nachweis- und Bestimmungsgrenzen gemäß des Nationalen Rückstandskontrollplanes für Muskelfleisch problemlos zu erreichen. Weiterhin ist eine hervorragende Linearität und Reproduzierbarkeit gegeben.

Die komplette Applikation erhalten Sie gerne auf Anfrage.

