

Umweltanalytik

Systemrelevanter Pestizidnachweis





Aromen identifizieren leicht gemacht

Der „Olfactory Data Interpreter“, eine neue Softwarelösung von GERSTEL, unterstützt Sie bei der Auswertung Ihrer olfaktorischen Daten.

Butanoic acid; 3-methyl
Hexanoic acid
Phenol; 2-methoxy
Phenylethyl Alcohol
Phenol
p-Cresol
Ethylphenol
2-Methoxy-4-vinylphenol

Seite **05**

Krankheiten machen sich Luft

Die Thermodesorptions-GC/MS unterstützt die Entwicklung neuer Instrumente zur Diagnose von Atemwegserkrankungen.

Seite **06**

Fischverzehr ohne Folgen

Mit einer automatisierten LC/MS-Methode effizient Antibiotika in Lachs bestimmen. Wir zeigen, wie das funktioniert.

Seite **09**

Systemrelevanter Pestizidnachweis

Obwohl Neonicotinoide Bienen töten, ist ihre Verwendung eingeschränkt erlaubt. Die Umweltanalytik ist gefragt.

Seite **13**

Das Sterben der Bienen

Seit geraumer Zeit verenden in Deutschland ganze Bienenvölker. Wir werfen einen Blick auf mögliche und wahrscheinliche Ursachen.

Seite **16**

Schmerzmittelmissbrauch im Visier

Opioide werden vom Arzt verschrieben und haben nicht nur eine therapeutische Wirkung. Kontrolle tut not.

Seite **19**

Der Duft der Frauen

Schwanger zu werden, wird mit zunehmendem Lebensalter immer schwieriger. Wissenschaftler arbeiten mithilfe der instrumentellen chemischen Analytik an neuen Prognoseinstrumenten.

Seite **22**

Kraftstoffanalyse leicht gemacht

Die NMR-Spektroskopie ist weitverbreitet. Wie sie sich intelligent automatisieren lässt, zeigt die Bestimmung der Klopfintensität von Benzin.

Seite **25**

GERSTEL (Shanghai) Co. Ltd. startet im Reich der Mitte

GERSTEL hat in China eine Firma gegründet. GERSTEL Aktuell sprach mit dem General Manager des Schwesterunternehmens Dr. Klaus-Peter Sandow.

Seite **29**

Gipfeltreffen der Experten

Wenn Anwenderinnen und Anwender auf ihresgleichen treffen, gibt es viel zu berichten. So auch auf der diesjährigen, alle zwei Jahre turnusmäßig stattfindenden Anwenderseminar-Tour von GERSTEL. Die Tour startete am 9. Mai 2019 in Mülheim an der Ruhr, machte Station in Olten, Karlsruhe, Hamburg, Berlin, Hannover, Wien und fand ihren krönenden Abschluss am 6. Juni 2019 in München. Rund 250 Anwender/Innen nutzten die Chance, sich über den Einsatz von GERSTEL-Geräten und -Systemen in unterschiedlichen applikativen Kontexten zu informieren.

Bei der Auswahl von Referenten und Themen hatte das Organisationsteam auf eine interessante Mischung geachtet, „schließlich wollten wir eine große Bandbreite von Anwendungsbeispielen präsentieren, in denen GERSTEL-Geräte und -Systeme bei der Lösung applikativer Aufgaben eine zentrale Rolle spielen“, betont Michael Gröger. Der GERSTEL-Vertriebsleiter und sein Team legten bei der Themenfindung großen Wert darauf, u. a. die Chance der Effizienzsteigerung von Laborroutinen unter Einsatz der GERSTEL-Technologie zu dokumentieren, wie es etwa in den Vorträgen „Automatisation der komplexen Probenvorbereitung für die 3-MCPD- und Glycidylester-Analytik in Speiseölen“ von Eva Walter von der Walter Rau Neusser Öl- und Fett AG sowie „Einsatz der SPE-HPLC-MS/MS bei pflanzlichen Drogen“ von Dr. Norbert Helle und seinem Team von der TeLA GmbH in Geestland anklang. In beiden Applikationen spielen der GERSTEL-MultiPurposeSampler (MPS) und die GERSTEL-MAESTRO-Software eine zentrale Rolle.

Nicht nur die Bestimmung von Benzol aus Passivsammlern lasse sich vollständig automatisieren, wie es Dr. Marc Wiechers von der Ruhr Oel GmbH – BP aus Gelsenkirchen im Vortrag darlegte. Mit dem MPS könne man ebenso effizient „Qualitätssicherungsstandards in der Umweltanalytik“ generieren, berichtete Sandra Hirsch von der Dow Deutschland Anlagengesellschaft mbH aus Stade.

Einen besonderen Blick für technische Details bewies Dr. Daniel Langos von der drom fragrances GmbH & Co. KG aus Baiernbrunn in seinem Vortrag „Anwendung der dynamischen

Headspace-GC/MS und der GCxGC-TOF/MS-Analytik in der Parfümindustrie“. Über die „Dynamische Headspace (DHS) zum Nachweis von Hydrolyseprodukten in wässrigen Proben“ setzte Ralf Pisarek vom Wehrwissenschaftlichen Institut für Schutztechnologie die Seminarteilnehmer/Innen ins Bild. Gesine Witt, Professorin für Umweltchemie und Ökotoxikologie an der Hochschule für Angewandte Wissenschaften (HAW) Hamburg, erläuterte die Messung hydrophober organischer Schadstoffe in Mikroplastik mittels der Thermodesorption unter besonderer Berücksichtigung der Thermal-DesorptionUnit (GERSTEL-TDU). Über die „Pyrolyse als Probenvorbereitung“ sprach Dr. Eike Kleine-Benne aus der GERSTEL-Entwicklungsabteilung in seinem Vortrag.

Um die „Thermodesorption von PDMS-Extrakten aus Leber, Blut, Gehirn und Fettgewebe“ drehte sich die Präsentation von Andreas Baumer vom Helmholtz-Zentrum für Umweltforschung (UFZ) in Leipzig. Dr. Monika Plass von der Dow Europe GmbH in Horgen/Schweiz berichtete von „Emissionstests für Automotive-Anwendungen“ unter Einsatz von GERSTEL-Technologie und Tina Richter von den Swiss Quality Testing Services in Dietikon/Schweiz thematisierte das „Screening von Lebensmittelkontaktmaterial mittels hochauflösender Massenspektrometrie“. Dr. Saverio Leo Iozza und Kollegen von der TESTEX AG in Zürich gewährten in ihrem Vortrag „INTUVO-



tion – Kompakter und schneller! Auch günstiger?“ Einblick in die Arbeit des international tätigen Schweizer Textilprüfinstituts.

Auf ein weitverbreitetes analytisches Problem flüchtiger Dimethylsiloxane ging Thomas Böhmer von der Evonik Nutrition & Care GmbH aus Essen ein. Davon, dass sich der Multi-PurposeSampler (MPS) ideal zur Automatisierung der NMR sowie anderer spektroskopischer Analyseverfahren eignet, berichteten Robin Legner und Joachim Horst von der Hochschule Niederrhein in Krefeld (s. S. 25). Wie die Thermodesorption unter Einsatz der GERSTEL-Technologie helfen kann, bakterielle Lungeninfektionen frühzeitig zu erkennen, beleuchtete Timo Köhler von der Universität Duisburg-Essen (s. dazu auch S. 7).

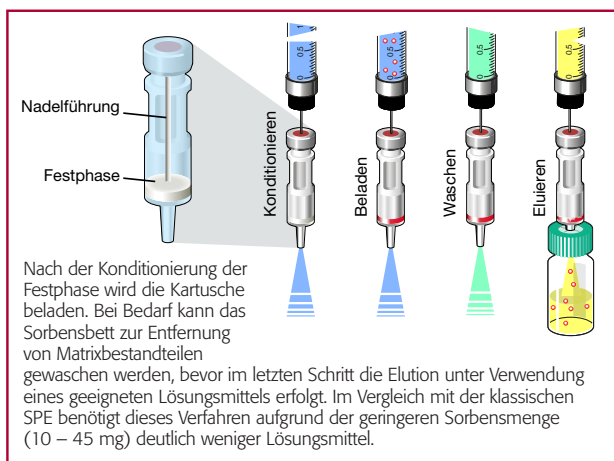
Auch die GERSTEL-Applikationsexperten brachten interessante Entwicklungen zum Vortrag. Nicht zuletzt stießen Komplettlösungen für die „Automatisierte Bestimmung prioritärer Kontaminanten in Oberflächengewässern gemäß EU-Wasser-rahmenrichtlinie mittels SBSE“ und die „Einfache MOSH/MOAH-Analytik mit der GERSTEL-LC-GC-Kopplung“ auf große Resonanz bei den Seminarteilnehmern/Innen.

Gerne schicken wir Ihnen die Vorträge auf Anfrage an aktuell@gerstel.de zu.

Anwender teilen ihr Wissen und Know-how mit anderen Anwendern: Ein Blick in den Seminarraum während des GERSTEL-Anwenderseminars in der Stadthalle in Mülheim an der Ruhr.

Sie wünschen weitere Informationen über das Leistungsspektrum des GERSTEL-MPS, dann schreiben Sie uns an gerstel@gerstel.de.

MPS automatisiert SmartSPE / μ SPE



Die SmartSPE beziehungsweise μ SPE ist eine patentierte mikroskalierte, der klassischen Festphasenextraktion vergleichbare Technik. Die SmartSPE / μ SPE (Schema s. o.) erlaubt die Handhabung signifikant geringerer Probenvolumina und reduziert damit den Lösemittelverbrauch sowie den für die Probenvorbereitung erforderlichen Zeit- und Arbeitsaufwand. Da die SmartSPE / μ SPE der klassischen SPE vergleichbare Sorbentien verwendet, lassen sich bestehende Methoden in der Regel der mikroskalierten Vorgehensweise anpassen und umsetzen. Die SmartSPE / μ SPE wird vom GERSTEL-MultiPurposeSampler (MPS) vollständig unterstützt. Ihre Automatisierung bietet dem Anwender nicht nur die oben beschriebenen Nutzen und Mehrwerte. Sie ist zudem vollständig in die MAESTRO-Software mit PrepAhead-Funktion sowie in die MassHunter- und ChemStation-Software von Agilent Technologies integriert. Einbindung und Steuerung der Hardware erfolgen im Rahmen der Methodenerstellung 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

MPS in der TD-Version

Der GERSTEL-MultiPurposeSampler (MPS) zeichnet sich in Regel durch seine große Flexibilität, Leistungs- und Adaptionsfähigkeit in einem weiten Applikationsbereich aus. Aufgrund hoher Nachfragen hat das Unternehmen nun jedoch eine MPS-Version auf den Markt gebracht, die sich ausschließlich Aufgaben im Bereich der Thermodesorption widmet. Das neue preislich günstigere 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-ThermalDesorptionUnit (TDU) und dem TD 3.5+ kompatible 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, die in die GC/MS-Methode und die Sequenztabelle integriert ist. Der MPS-TD kann auch für die Injektion von Flüssigkeiten konfiguriert werden.

MPS plus SIFT-MS-Technologie

Eine neue Gerätekombination garantiert beste Messleistungen in kürzester Zeit: Die hohe Empfindlichkeit, Selektivität und Echtzeitfähigkeit der Selected-Ion-Flow-Tube-(SIFT)-MS von SYFT Technologies werden mit der bemerkenswerten Flexibilität, Anreicherungs-kapazität und Effizienz des GERSTEL-TD 3.5+ kombiniert.

Das Ergebnis ist eine Empfindlichkeit im ppb-Bereich mit Laufzeiten von unter fünf Minuten pro Probe. Die automatisierte Analyse von Thermodesorptionsröhrchen (TD) basiert auf dem bewährten GERSTEL-MPS-Autosampler. Zudem lässt sich der MPS im Handumdrehen für die Headspace-Probennahme (HS) konfigurieren. Durch die Aufnahme von 180 Proben (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 von Aromen, Duftstoffen, Innenraumluft und Restlösungsmitteln.



NEU!

High-Performer ODP 4



GERSTEL hat seinen weltweit führenden Olfactory Detection Port (ODP) aus Sicht der Anwender auf den Prüfstand gestellt. Das Resultat der Praxisprüfung spiegelt sich im neuen ODP 4 wider, der Anwendern interessante Neuheiten bietet. Die Arbeitsposition des ODP 4 etwa ist erstmals frei wähl- und fixierbar, was die Ergonomie der sensorischen Bewertung von Duftstoffen mit der Nase parallel zur MS-Detektion positiv beeinflusst.

Die Nasenpositionsmarke lässt sich individuell anpassen, was zu einer optimalen Positionierung der Nase führt. Die „Sniff&Trap“-Option erlaubt das Trappen von Analyten zu jeder Zeit an jeder beliebigen Stelle im Chromatogramm. Im Lieferumfang enthalten ist der GERSTEL-Olfactory-Data-Interpreter (ODI), der eine schnelle und zuverlässige Identifizierung von Gerüchen ermöglicht (s. Seite 5). Darüber hinaus bietet der ODP 4 sämtliche Leistungsmerkmale, die schon das vielfach bewährte Vorgängermodell ODP 3 bei der olfaktorischen Bestimmung und Bewertung flüchtiger organischer Verbindungen ausgezeichnet hat für eine diskontinuierliche Präsentation der zu bestimmenden Duftstoffe.

Text: Guido Deußing (GD); Fotos (3) und Grafik: GERSTEL

Olfactory Data Interpreter (ODI)

NEU!

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 bewerten lassen.

Der GERSTEL-Olfactory-Data-Interpreter (ODI) erlaubt eine schnelle und zuverlässige Auswertung olfaktorischer Informationen und damit die Identifizierung unbekannter geruchsaktiver Verbindungen. Chromatographie-Daten, die in Kombination eines Massenspektrometers (MSD) oder eines Flammenionisationsdetektors (FID) mit einem GERSTEL-OlfactoryDetectionPort (ODP, s. S. 4) beziehungsweise einer vergleichbaren Gerätekonstellation 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 Abriechnens mit dem ODP) manuell registrierten Einschätzungen der Geruchsintensitäten sowie die zeitgleich von einer Spracherkennungssoftware aufgezeichneten verbalisierten Geruchseindrücke. Dieser ganze 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 im Nachhinein aufrufen und anhören. Sofern sich Veränderungen zum ersten Geruchseindruck ergeben haben, können die verschrifteten Geruchsimplosionen 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, sprich 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 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, 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. Das GERSTEL-Applikationslabor empfiehlt die NIST-AMDIS-Software, die aus der ODI-Software heraus aufgerufen wird; sie erlaubt eine Dekonvolution der Daten.

Multivariate Datenanalyse: Um bei einem großen Probenaufkommen rasch eine Klassifizierung nach Geruchseindrücken vornehmen zu können, bietet die ODI-Software die Option der multivariaten Datenanalyse auf Basis der Hauptkomponentenanalyse (Principal Component Analysis, PCA).

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.

Fazit der Experten: Für die Auswertung von GC/O-Daten sowie für die Bestimmung und Identifizierung unbekannter geruchsaktiver Verbindungen erweist sich die ODI-Software von GERSTEL als nützliches, wirksames und effizientes Tool.

Weitere Informationen unter www.gerstel.de/de/ODI.htm



Medizintechnik

Krankheiten machen sich Luft

Foto: istock/nycshooter

Die Analyse von Blut und Harn ist ein gängiges Prozedere im Rahmen labormedizinischer Untersuchungen. Zunehmend findet hierin auch die Atemluft als Träger therapeutisch relevanter Informationen Beachtung. Bei der Entwicklung einer neuen medizinischen Diagnostik kann die Thermodesorptions-GC/MS sehr unterstützend sein, wie der nachfolgende Beitrag dokumentiert.

Von Guido Deußing

Der menschliche Organismus emittiert als Begleiterscheinung mancher Erkrankung bestimmte Gerüche. Deren Wahrnehmungsschwelle liegt teils so niedrig, dass sie die menschlichen Sinnesorgane nicht zu reizen vermögen. Hunde hingegen verfügen von Natur aus über einen sehr ausgeprägten Geruchssinn, weshalb man des „Menschen besten Freund“ nicht nur zum Aufspüren von Personen, Drogen oder Sprengstoffen einsetzen kann, sondern auch zu diagnostischen Zwecken: Trainierte Hunde können etwa Prostatakrebs am Uringeruch oder Darmkrebs am Atem des Patienten erschnüffeln.

Von diesem Standpunkt aus betrachtet, erweist sich Joy Milne als Phänomen. Die 68-jährige Engländerin ist nämlich in der Lage, Parkinsonkranke am Geruch zu erkennen [1]. Diese Fähigkeit stellt die ehemalige Krankenschwester in den Dienst der Wissenschaft. Im Rahmen einer Studie unter Einsatz der GC/MS in Verbindung mit einem olfaktorischen Detektor (GERSTEL-ODP) soll

eine schnelle und sichere Analysenmethode entwickelt werden, um Parkinson anhand des Körpergeruchs diagnostizieren oder ausschließen zu können

Was der Atem verrät

Dass sich Krankheiten am Geruch erkennen lassen, hat die Wissenschaft mobilisiert. Vielerorts wird daran gearbeitet, mithilfe der instrumentellen Analytik Parameter in

der Atemluft zu bestimmen, anhand derer sich Krankheiten frühzeitig(er) diagnostizieren und damit besser therapieren lassen. Hugo Knobel setzt in seinen Projekten auf die GC/MS. Der Chromatographieexperte der Eurofins Material Science Netherlands B.V. (ehemals Philips Innovation labs) im niederländischen Eindhoven arbeitet daran, den Atem von kranken und gesunden Personen auf flüchtige organische Verbindungen (VOCs) zu untersuchen, die auf eine ernste Erkrankung hindeuten können.



Hugo Knobel ist Chromatographieexperte. Die GC/MS nutzt er, um Nanokonzentrationen flüchtiger organischer Verbindungen (VOCs) im menschlichen Atem zu bestimmen.

Fotos (2) und Chromatogramme: Eurofins Material Science Netherlands B.V. / Hugo Knobel

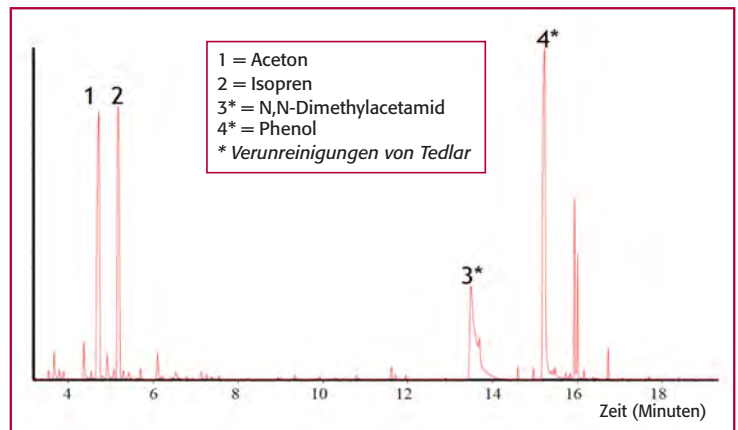
Den Stoffwechsel im Blick

Im Zuge des Stoffwechsels produziert jede Körperzelle VOCs, die über den Blutkreislauf abtransportiert und mit dem Harn, dem Schweiß und über die Atemwege ausgeschieden werden. Die Vermutung liegt nahe, dass im Falle einer Erkrankung bestimmte Stoffwechselvorgänge anders als normal verlaufen oder gestört sind, was sich vermutlich auch auf die Metaboliten, also die Stoffwechselprodukte, auswirkt. Diese Annahme bildet die Grundlage zweier Projekte, mit denen sich die Eurofins Material Science Netherlands B. V. und Hugo Knobel beschäftigen. Die Herausforderung bestehe darin, schildert der Wissenschaftler, Profile flüchtiger organischer Verbindungen in der Ausatemluft zu identifizieren, die für ein Krankheitsbild charakteristisch sind. Für den Fall, dass sich eindeutige VOC-Muster feststellen lassen, wovon auszugehen sei, könne sich das als wertvoll für die Diagnose, Medikation und Therapie erweisen.

Die Eurofins Material Science Netherlands B. V. fokussiert vor allem auf die GC/MS-Methodenentwicklung und -Analyse. Hierin liegt die Stärke des Labors. Ein zentrales Element bildet in diesem Kontext die Thermodesorption. Im EU-Projekt U-BIOPRED, das Akronym steht für „Unbiased BIO-markers in PREDiction of respiratory disease outcome“ [2], in das Hugo Knobel eingebunden ist, suchen Forscher des Academisch Medisch Centrum (AMC) in Amsterdam und der University of Manchester unter anderem nach Biomarkern, die Aufschluss über die verschiedenen Subtypen und Stadien der Asthmaerkrankung geben, angefangen bei *Asthma bronchiale* (Asthma), einer vorwiegend allergisch bedingten chronischen Erkrankung der Atemwege, bis zum *Status asthmaticus*, der wohl schwersten, weil lebensbedrohlichen Asthmaform.

In dem Projekt bestimmen die beteiligten Arbeitsgruppen nicht nur VOCs in Atemluft, sie untersuchen auch Blut und Sputum auf potenzielle Biomarker wie Proteine und Lipide. Anhand der Datenanalyse und der von der Eurofins Material Science Netherlands B. V. mit Unterstützung der Applikationspezialisten des niederländischen GERSTEL-Distributors Da Vinci durchgeführten Thermodesorptions-GC/MS-Analysen konnten Hugo Knobel und Kollegen mehrere Profile flüchtiger organischer Verbindungen ermitteln, die sich als tauglich erweisen könnten, eine Asthmaerkrankung zu erkennen und die pharmakologische Wirkung therapeutisch eingesetzter Arzneimittel modellhaft zu überprüfen.

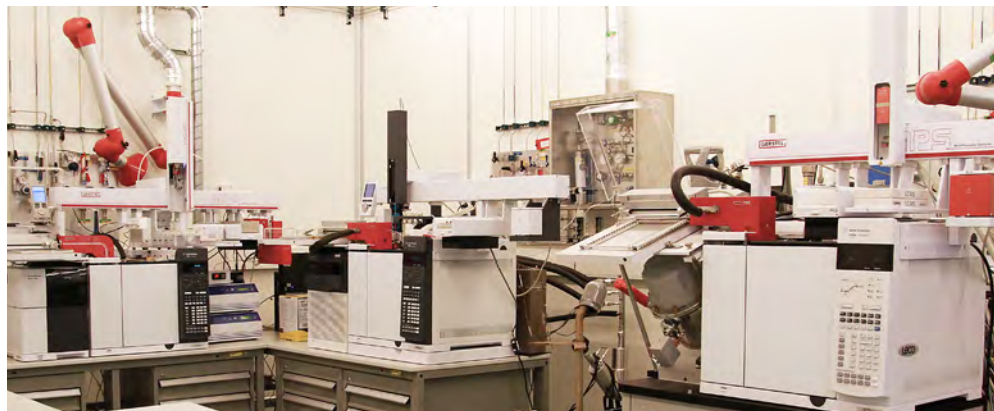
Ein anderes Projekt, in das die Eurofins Material Science Netherlands B. V. eingebunden ist, nimmt eine häufig beobachtete Lungenentzündung (Ventilator-Assozia-



Chromatogramm einer Atemprobe: Neben den Hauptkomponenten Aceton und Isopren sowie Verunreinigungen durch die eingesetzten Tedlar-Bags findet sich eine Vielzahl potenziell relevanter VOCs.

ted Pneumonia, VAP) in den Blick, die als Komplikation bei Patienten auftritt, die an ein Beatmungsgerät angeschlossen sind. Es sei davon auszugehen, berichtet Hugo Knobel, dass das Immunsystem jener Patienten, die unter künstlicher Beatmung eine VAP entwickeln, geschwächt sei aufgrund einer bestehenden, jedoch verdeckten Entzündung oder eines zuvor erlittenen Traumas, was die unterstützende Gabe eines Antibiotikums rechtfertigt.

Um weitreichende gesundheitliche Komplikationen zu verhindern, komme es darauf an, möglichst umgehend



Das Eurofins-Materiallabor arbeitet mit einer Reihe von Analysegeräten, u. a. diesen drei GC/MS-Systemen.

die richtigen Schritte einzuleiten, sprich: die Entzündungsursache zu identifizieren und wirksam mit einem geeigneten Medikament zu behandeln. Die Analyse von Blut und das Anlegen und Auswerten möglicher Bakterienkulturen erweise sich in diesem Kontext als aufwendig und langwierig. Die Atemluft hingegen sei unter Einsatz geeigneter Probenahmeverfahren schnell untersucht, auch ohne aktives Zutun des Patienten, was den Therapieerfolg begünstige.

Erste Resultate der VAP-Studie würden derzeit von einem Projektpartner analysiert, berichtet Hugo Knobel. Sofern sich im Fall der Asthmaerkrankung signifikante VOC-Profile ergäben, spekuliert der Experte, ließen sich in Zukunft Beatmungsgeräte entwickeln, die über ein integriertes Sensorsystem verfügen, das auf eine potenzielle Gesundheitsgefährdung des Patienten hinweise.

Analytische Herausforderungen meistern

Bis es so weit ist, bedarf es noch einiger Forschungsanstrengungen: „Um Hunderte verschiedener VOCs in niedrigen Konzentrationen (ppb bis ppt) in Atem genauestens messen zu können, kommt man um eine Aufkonzentrierung der Analyten vor der GC/MS-Analyse nicht herum“, sagt Hugo Knobel. Der Wissenschaftler sammelt zu diesem Zweck die Atemluft von Patienten und Probanden in Tedlar Gas Sampling Bags und zieht anschließend die Luft durch GERSTEL-Thermodesorptionsröhrchen, in dem die VOCs auf dem enthaltenen Sorbensmaterial angereichert werden.

Innerhalb des VAP-Projekts wurden Atemproben unmittelbar aus dem Luftstrom des Beatmungsgeräts gezogen. Hugo Knobel verweist in diesem Zusammenhang auf das Problem einer hohen Wasserfracht in der Atemluft, dem unter Durchführung eines Trocknungsschritts beizukommen ist, nicht nur um das GC-System bzw. die Trennsäule nicht über Gebühr zu belasten, sondern auch aufgrund der Tatsache, dass die verwendeten Adsorbensmaterialien bei einem zu hohen Wasseranteil in der Probe in puncto Anreicherungsleistung nachlassen und interessante VOCs vielleicht nicht zurückhalten. Im Anschluss an die Probenahme erfolgt die Thermodesorption der angereicherten Analyten mittels eines ThermalDesorption-Systems (GERSTEL-TDS, GERSTEL-TD 3.5⁺) bzw. einer ThermalDesorption-Unit (GERSTEL-TDU), automatisiert verbunden mit einem geeigneten Autosampler (GERSTEL-TDS-A; GERSTEL-MultiPurpose-Sampler, MPS). Damit ließen sich Probenreihen auch über Nacht automatisiert analysieren und abarbeiten, berichtet Hugo Knobel.

Herausforderungen identifizieren

Wenngleich sich die Thermodesorptions-GC/MS-Analyse aus technischer Sicht als einfach und sicher erweist, bedeute das nicht, dass die Analyse von VOCs in Atemluft mittels der hier beschriebenen Methode trivial wäre, nach dem Motto „Einmal angereichert und im Handumdrehen vermessen“. Atem erweise sich als schwierige Matrix, die reich an Inhaltsstoffen ist, deren Herkunft Umgebungsparametern oder Essgewohnheiten zuzuschreiben sei und die für die Bestimmung von für eine Erkrankung spezifischen VOCs nicht nur bedeutungslos seien, sondern sogar störend wirken können, sagt Hugo Knobel. Ein durchschnittliches Chromatogramm liefere demnach zwischen 100 und 300 verschiedene VOCs – deren Auswertung stellt Anwender vor eine große Herausforderung. Insgesamt wurden mehr als 1.000 flüchtige Verbindungen in der Ausatemluft identifiziert. Darunter befinden sich die Stoffwechselprodukte Aceton und Isopren, die in relativ hohen Konzentrationen auftreten und somit außerhalb des Messbereichs liegen. Störsignale, hervorgerufen etwa durch Emissionen aus einem Plastikteil des Beatmungsgeräts, sowie andere Hintergrundsignale seien zunächst aus dem Chromatogramm zu entfernen, berichtet der Wissenschaftler, bevor sich ein für eine Erkrankung charakteristisches VOC-Profil erstellen lasse.

Die Handlungsanweisung laute daher: Alles, was mit den Proben in Kontakt komme, sollte gut untersucht werden, und die bei der Analyse eingesetzten Materialien sollten hinreichend konditioniert sein. Zudem erfordere eine statistisch seriöse Analyse eine große Anzahl an Probanden, was die Frage nach einer adäquat automatisierten Analysetechnik aufwerfe, um die resultierende große Anzahl an Proben in angemessener Zeit bewältigen zu können.

Perspektive Halbleiterindustrie

Die Eurofins Material Science Netherlands B. V. erweise sich in puncto Methodenentwicklung und Analyse mittels Thermodesorptions-GC/MS nicht nur als kompetenter Partner für die Gesundheitsforschung. Das Vermögen des Unternehmens, mittels Thermodesorption Spurenverbindungen sicher und empfindlich nachzuweisen, käme auch der Halbleiterindustrie zupass, die aufgrund zunehmend strengerer Produktanforderungen mit hochreinen Gasen arbeite. Das bedeutet, geringste Verunreinigungen im Bereich von ppb und ppt sicher bestimmen zu können, berichtet Hugo Knobel. Der Wissenschaftler ist überzeugt, dass sich mit der Thermodesorptions-GC/MS-Analyse auch in Zukunft weitere neue Anwendungsbereiche erschließen lassen.

Referenzen

- [1] Guido Deußing, ODP hilft bei der Früherkennung von Parkinson, GERSTEL Aktuell 54 (2018) 10, <http://bit.ly/2L4TJIE>
- [2] Homepage U-BIOPRED, <http://bit.ly/2WP0JdO>



Quelle: istock / wildpixel

Stinker sticht Wohlgeruch

Alles, was im Mund verschwindet, muss an der Nase vorbei, die den Happen oder Schluck olfaktorisch bewertet. Was einen Wohlgeruch verströmt, darf passieren, was stinkt, erzeugt Ablehnung. Mutter Natur hat dieses riechkolbenbasierte Frühwarnsystem installiert, um den Organismus vor Schaden zu bewahren, etwa durch die Aufnahme bakteriell verunreinigter Nahrungsmittel. Dieser Schutzmechanismus scheint auch dann zu funktionieren, wenn Wohlgerüche Fehlparfums überlagern. Zu dieser Erkenntnis gelangten Wissenschaftler am Max-Planck-Institut für chemische Ökologie in Jena. Während sie Taufliegen (*Drosophila melanogaster*) künstlichen Duftmischungen aussetzten, die sowohl anziehende als auch abstoßende Aromen enthielten, analysierten Mohamed et al. die Gehirnaktivität der Insekten mittels bildgebender Verfahren. Dabei zeigte sich, dass abstoßende Gerüche offenbar in den neuronalen Mechanismus der Fliegen eingreifen und jene Teile des Geruchszentrums hemmen, die auf anziehende Gerüche reagieren. Hinter dieser Wechselwirkung vermuten die Forscher eine Verknüpfung der beteiligten Funktionseinheiten im Gehirn. Die Forscher nehmen ferner an, dass der oben beschriebene neuronale Schutzmechanismus sich nicht allein bei Fruchtfliegen, sondern auch bei Säugetieren und damit beim Menschen nachweisen lässt. GD

Referenz

Ahmed A. M. Mohamed et al., Odor mixtures of opposing valence unveil inter-glomerular crosstalk in the *Drosophila* antennal lobe. Nature Communications 10 (2019), doi:10.1038/s41467-019-09069-1, <https://go.nature.com/2lhxXtp>



Lebensmittelsicherheit

Fischverzehr ohne Folgen

Tiere und tierische Erzeugnisse, die der Ernährung dienen, sind auf gesundheitsschädliche Kontaminationen zu untersuchen, bevor sie in den Verkehr gebracht werden. Laboratorien sind gut beraten, den Arbeitsaufwand durch eine intelligente Automatisierung der Probenvorbereitung zu reduzieren. Wie das effizient und gesetzeskonform gelingt, haben chinesische Wissenschaftler vorgemacht, und zwar bei der automatisierten HPLC-Bestimmung von Sulfonamiden und deren Metaboliten in Lachs.

Von Guido Deussing.



Fisch ist gesund und in Teilen der Welt ein Hauptnahrungsmittel. Die Konsequenz bewusster Ernährungsweise und des Bevölkerungswachstums: Der Fischkonsum ist in den letzten Jahrzehnten weltweit erheblich gestiegen. Natürliche Fanggrün-

de sind inzwischen in weiten Teilen erschöpft; Mutter Natur kommt kaum nach mit der Aufzucht in Freiheit geborener Fische und Schalentiere. Dem globalen Hunger nach Meeresfrüchten wird mit Kulturen begegnet, in denen die aquatischen Nutztiere in Unterwassermastbetrieben kontrolliert zur Schlachtreife geführt werden.

Nebenwirkungen der Massentierhaltung

Die Haltung von Lebewesen dicht an dicht, die mittel- und unmittelbar der menschlichen Ernährung dienen, birgt für Erzeuger, Lebensmittelhändler und auch Verbraucher einen großen Nutzen. Doch die Tierhaltung auf engstem Raum verspricht nicht allein Gewinnmaximierung bei vergleichsweise günstigen Ein- beziehungsweise Verkaufspreisen, sondern birgt auch das Risiko rasch sich ausbreitender, epidemischer Krankheiten, die ganze Bestände dahinraffen können, wenn nicht medikamentös gegengesteuert wird, zum Beispiel mit synthetisch hergestellten Sulfonamid-Präparaten. Sulfonamide sind chemische Verbindungen, die ihrer Wirkung wegen in der Human- und Tiermedizin als Antibiotika eingesetzt werden.

Während ihre antibiotische Wirkung unzweifelhaft und erwünscht ist, machen es die zytotoxischen Eigenschaften der Verbindungen sowie weitere, an dieser Stelle nicht genannte Aspekte erforderlich, Aquakulturen auf Sulfonamid-Rückstände und deren Metaboliten zu untersuchen. Reichern sie sich im Wasser an, können sie sich auch im Gewebe von Fischen und Fischereierzeugnissen akkumulieren. Auf diese Weise wird der Verbraucher, der am Ende der Nahrungskette steht, unausweichlich Leidtragender des Problems, und zwar dann, wenn kontaminierter Fisch auf seinem Teller landet.

Kontrolle tierischer Lebensmittel

Um mögliche gesundheitsbeeinträchtigende Nebenwirkungen für den Verbraucher ausschließen oder zumindest auf ein akzeptables Maß minimieren zu können, sind Fische und Fischereierzeugnisse aus Aquakulturen auf Rückstände von Tierarzneimitteln wie Sulfonamide sowie deren Metaboliten zu untersuchen. Welche Verfahren zur Anwendung kommen und welche Leistungs-

parameter dabei einzuhalten sind, darüber gibt der Gesetzgeber in der Richtlinie 2002/657/EG [1] Auskunft. Sein Ziel ist es vorrangig, für Sicherheit zu sorgen und im Interesse des Verbrauchers eine mögliche Kontamination mit gesundheitsschädlichen Stoffen unter Einsatz spezifischer und empfindlicher Messmethoden nachzuweisen respektive auszuschließen.

Ähnlich sehen es die Betreiber von Lebensmitteluntersuchungslaboratorien, die allerdings nachvollziehbarerweise auch die Wirtschaftlichkeit ihrer Analytik im Blick zu halten haben. Die anscheinend unausweichlich zunehmende Zahl an Proben, womöglich noch gekoppelt an strengere Gesetzesvorgaben, lässt sich effizient vermutlich nur in ganz seltenen Fällen mit herkömmlichen manuellen Methoden bewerkstelligen. Wer sich ein ausgewogenes Kosten-Nutzen-Verhältnis verspricht, kommt mittelfristig nicht an einer Automatisierung seiner Analytik vorbei.

Wie dabei vorzugehen ist und welche Wirkung man erzielen kann, kommt die geeignete Technologie zum Einsatz, darüber berichten Wei Jia, Lin Shi und Xiaogang Chu von der Universität für Wissenschaft und Technik in Xi'an, der Hauptstadt der zentralchinesischen Provinz Shaanxi, im Fachjournal *Food Chemistry* [2]. Die Autoren beschreiben darin die Entwicklung und Etablierung einer Analysenmethode für das „Non-Target“-Screening von Sulfonamiden und deren Metaboliten unter Einsatz eines automatisierten online gekoppelten Extraktionsverfahrens auf QuEChERS-Basis mit darauffolgender Ultra-Hochleistungsflüssigchromatographie mit hochauflösender Elektrosprayionisierungs-Quadrupol-Orbitrap-Massenspektrometrie (UHPLC Q-Orbitrap).

Schwächen aktueller Vorgehensweisen

Die charakteristische Fragmentierung und genaue Massenbestimmung mittels Hochleistungsmassenspektrometrie sei ein leistungsstarkes Instrument zur Aufklärung der Molekularstrukturen neuer Tierarzneimittel sowie deren Metaboliten, schreiben Jia et al. in ihrer Arbeit. Die meisten MS-Methoden zur selektiven Bestimmung von Veterinärarzneimittelrückständen basierten auf dem datenabhängigen Aufnahmmodus (DDA) und der Beobachtung hochspezifischer Fragmentierungsprodukte. Ungeachtet ihrer hervorragenden Selektivität und Empfindlichkeit stieße diese Vorgehensweise jedoch an Grenzen. So ermögliche sie es laut Jia et al. nicht, nach potenziellen Transformationsprodukten, Metaboliten und neuen Verbindungen zu suchen, die eine höhere Toxizität aufweisen können als ihre Stammverbindungen.

Überdies erforderten die meisten bestehenden Methoden für die Analyse exogener Verbindungen wie Tierarzneimittel und Pestizide zeitraubende Vorbereitungsschritte wie SPE, QuEChERS oder SLE sowie eine Aufkonzentrierung der Analyten, was von großer Relevanz ist. In Ermangelung tauglicher und effizienter Methoden, machten sich Wei Jia und Kollegen daran,

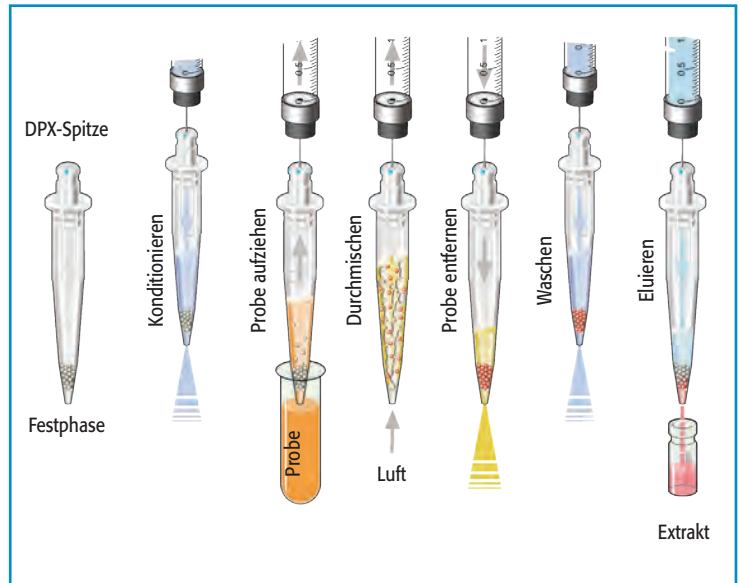
eine neue Vorgehensweise zu entwickeln, die allen Anforderungen gerecht wird, die man an eine Non-Target-Analyse und der Identifizierung von Unbekannten und Metaboliten in Fisch stellt.

Fokus auf die technischen Details

Entwickelt, getestet und etabliert wurde die von Jia et al. beschriebene Methode auf einem Ultimate-3000-UH-PLC-System (Dionex), das an ein Hybrid-Q-Orbitrap-Massenspektrometer (Thermo Fisher Scientific) mit Elektrosprayionisierungsquelle gekoppelt war. Die Probenvorbereitung und Probenaufgabe erfolgten vollständig automatisiert auf einem online gekoppelten MultiPurposeSampler (GERSTEL-MPS) in der Dual-Head-Version. Einzig die Fischproben – 89 Lachse kamen tiefgefroren zur Untersuchung – mussten von Hand filetiert und homogenisiert werden. Ein Gramm jeder Probe wurde in jeweils ein separates 10-mL-Zentrifugenröhrchen überführt, das dann auf dem MPS-Auto-sampler für die weiteren Schritte der Probenvorbereitung bis zur Probenaufgabe platziert wurde. Alle weiteren Aufgaben wurden sodann vollständig automatisiert vom MPS übernommen und ausgeführt.

Die Ausstattung des MPS war entsprechend opulent. Tierische Proben, vor allem, wenn es sich um Muskelgewebe handelt, sind komplex und matrixreich. Die Behandlung einer solchen Probe umfasst in der Regel aufwendige Extraktions- und Aufreinigungsschritte, bevor sie hinreichend sauber und matrixbefreit zur Analyse kommen kann, ohne Chromatographie und Detektion nachhaltig negativ zu beeinflussen. Folgerichtig war der MPS mit einer Zentrifuge ausgestattet; leicht verderbliche Proben ließen sich dunkel und kühl lagern, generell mit den erforderlichen Reagenzlösungen und Standards in unterschiedlichen Konzentrationen (ohne Spritzenwechsel) versetzen, schütteln und extrahieren, und zwar unbeobachtet vom Laborpersonal.

Für den Clean-up-Schritt, der sich an der QuEChERS-Methodik orientiert [3], wählten Jia et al. die Disposable-Pipette-Extraction (GERSTEL-DPX), bei der die Probe in eine spezielle DPX-Spitze aufgezogen wird, in der das Extraktionsmedium locker einliegt [4]. Die Quantifizierung der Analyse erfolgte unter Einsatz deuterierter Standards, deren Dosierung ebenfalls der MPS automatisiert ausführte. Sämtliche Schritte der Probenvorbereitung und Analyse lassen sich im Detail der Publikation von Jia et al. [2] entnehmen. Von der finalen Lösung pipettierte der MPS 200 µL in ein Mini-Uniprep-Vial; der Roboter gab 300 µL Methanol und 500 µL einer 8-mM-Ammoniumfor-



Grafik: GERSTEL / Dr. Malte Reimold

DPX-Schemazeichnung

miat-Lösung hinzu, vermischte alles und injizierte davon schließlich 5 µL in das angeschlossene UHPLC-Q-Orbitrap-System.

Erfolgreiche Trennung und Ergebnisbetrachtung

Der Vollständigkeit halber: Die Trennung der Analyten erfolgte auf einer Reversed-Phase-Säule (Hypersil Gold aQ C18, 100 mm x 2,1 mm x 1,9 µm), die mit einer Vorsäule vergleichbarer Phase (Accucore aQ C18, 10 mm x 2,1 mm x 1,9 µm; beide Säulen von Thermo Fisher Scientific) verbunden war. Verwendet wurde ein Eluentengradient, bestehend aus mit Ameisensäure und Ammoniumformiat versetztem Wasser

(Eluent A) und Methanol (B). Die Säulentemperatur betrug 40 °C. Die Elektrosprayquelle arbeitete im positiven Ionisierungsmodus (weitere Angaben zum System: siehe [2]).

Mit der beschriebenen Systemkombination wurden verschiedene Messungen durchgeführt, unter anderem eine Full-Scan-Analyse der Proben im Massenbereich 100 bis 900 m/z. Überdies wurden unterschiedliche Fragmentierungsvorgänge beziehungsweise konkrete Massenübergänge aufgezeichnet, die nachhaltig zum Ergebnis der hier beschriebenen Arbeit beigetragen haben.

Die erzielten Leistungsmerkmale stimmten überein mit den Anforderungen der Richtlinien, die in der Entscheidung der Europäischen Kommission 2002/657/EG festgelegt worden waren. „Vier Verbindungen wurden in Lachsproben unterschiedlicher



Herkunft identifiziert und bestätigt, die im Rahmen des Überwachungsprogramms genommen wurden“, schreiben Jia et al. Die am häufigsten in den Lachsproben vorhandenen Sulfonamide waren Sulfadiazin und sein Acetylierungsmetabolit; drei Prozent der untersuchten Lachsproben wurden positiv auf Sulfadiazin-Sulfonamide getestet.

Was wurde erreicht?

Die Autoren verfolgten bei ihrem Vorhaben zwei Ziele: 1. die Non-Target-Analyse von Sulfonamiden und Metaboliten in Lebensmittelproben durch die Kopplung einer effizienten Probenvorbereitung mit der Hochleistungsflüssigchromatographie und Hochleistungsmassenspektrometrie. Die Auswertung der Daten erfolgte

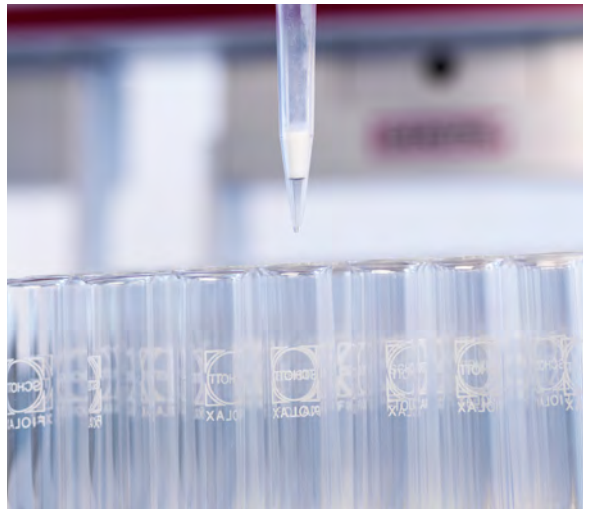


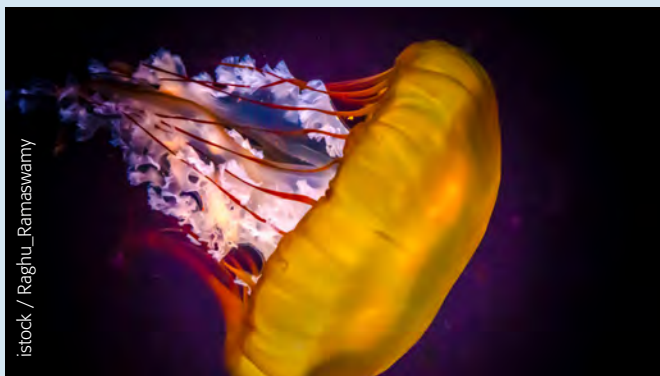
Foto: GERSTEL / Wolfram Schroll

Detailaufnahme der Disposable-Pipette-Extraction-Option (DPX) eines GERSTEL-MultiPurposeSamplers (MPS).

unter Einsatz von Datenbanken zwecks Ermittlung charakteristischer Strukturfragmente. 2. die Bestätigung der Analyten und die strukturelle Charakterisierung von unbekanntem Analyten auf der Basis verfügbarer Referenzstandards. Alle Ziele wurden erreicht. Validiert wurde ihre Methode gemäß EU-Kommissionsentscheid 2002/675/EG. Obendrein sprachen alle statistischen Parameter für ihre Praxistauglichkeit: „Das analytische Potenzial der Non-Target-Analyse mit Fragmentierung ermöglicht die Verwendung von Verdachtsspektren aus Datenbanken und charakteristischer Strukturfragmente zur Identifizierung unterschiedlicher, nicht im Fokus der Methode liegender Verbindungen. Das verwendete Analysensystem, insbesondere die mittels GERSTEL-MPS weitgehend automatisierte Probenvorbereitung, in Verbindung mit der generischen Analysenmethode erweist sich als vielversprechendes analytisches Instrument für Non-Target-Screening-Analysen“, schreiben Jia et al. in ihrer Zusammenfassung.

Referenzen

- [1] 2002/657/EG: Entscheidung der Kommission vom 12. August 2002 zur Umsetzung der Richtlinie 96/23/EG des Rates betreffend die Durchführung von Analysemethoden und die Auswertung von Ergebnissen, <http://bit.ly/2Ffemb5>
- [2] Wei Jia, Lin Shi, Xiaogang Chu, Untargeted screening of sulfonamides and their metabolites in salmon using liquid chromatography coupled to quadrupole Orbitrap mass spectrometry, *Food Chemistry* 239 (2018) 427-433, <http://bit.ly/2Fj1ErQ>
- [3] Paula Payá, Michelangelo Anastassiades, Dorothea Mack, Irina Sigalova, Bünyamin Tasdelen, José Oliva, Alberto Barba, Analysis of pesticide residues using the Quick Easy Cheap Effective Rugged and Safe (QuEChERS) pesticide multiresidue method in combination with gas and liquid chromatography and tandem mass spectrometric detection, *Analytical and Bioanalytical Chemistry* 389 (2007) 1697-1714, <http://bit.ly/2NaRDnl>
- [4] <http://www.gerstel.de/de/automatisierte-dpx.htm>



istock / Raghu_Ramaswamy

Qualle à la carte

Anders als in Asien begegnen den Menschen der westlichen Welt Quallen eher selten als Menüvorschlag auf der Speisekarte, allenfalls beim Baden im Meer, wo sie zuhauf vorkommen und eher Angst und Ekel statt Appetit und Heißhunger erregen. Das liegt – von der Gefährlichkeit einiger Quallenarten einmal abgesehen – nicht zuletzt an der gelartigen Beschaffenheit der wirbellosen Tiere, die sich beim herkömmlichen Kochen oder Braten in ein schleimiges Etwas verwandeln. Mit Blick auf den weltweit zunehmenden Bedarf an proteinreicher Nahrung bei einem gleichzeitig schwindenden Fischangebot, haben sich Wissenschaftler des Max-Planck-Instituts für Polymerforschung in Mainz angesehen, wie man in Asien Quallen zubereitet. Dort werden die Tiere über Monate in einer Mischung aus Kochsalz (Natriumchlorid) und Tonerdesalz (Alaun) eingelegt, was zu einer knackigen, essbaren Textur der Gelmasse (Mesogloea) führt, die allerdings unbehandelt für den Menschen ungenießbar ist. Die Forscher nahmen die chemischen Abläufe im Salz unter die Lupe und entwickelten einen Weg, den Veränderungsprozess, den die Qualle durchläuft, zu beschleunigen. Hierbei richteten sie ihr Augenmerk auf die Löslichkeit der einzelnen chemischen Bestandteile der Qualle, wozu Kollagen und Elastin gehören, die auch in der menschlichen Haut vorkommen, sowie Mucoproteine und polare Polysaccharide. Ergebnis ihrer Analyse: Statt die Quallen mit Salz zu behandeln, legten sie sie in Ethanol ein. Dabei erzeugten Pedersen und Vilgis in nur zwei Tagen eine gummiartig bis knusprige, essbare Textur, die aus gastronomischer Sicht ein interessantes Mundgefühl verspricht, schreiben die Forscher. GD

Referenz

Mie T. Pedersen, Thomas A. Vilgis, Soft matter physics meets the culinary arts: From polymers to jellyfish. *International Journal of Gastronomy and Food Science* 16 (2019), <http://bit.ly/2W0YiD5>



Foto: istock/bigtunaonline



Foto: istock/schnuddel

Umweltanalytik

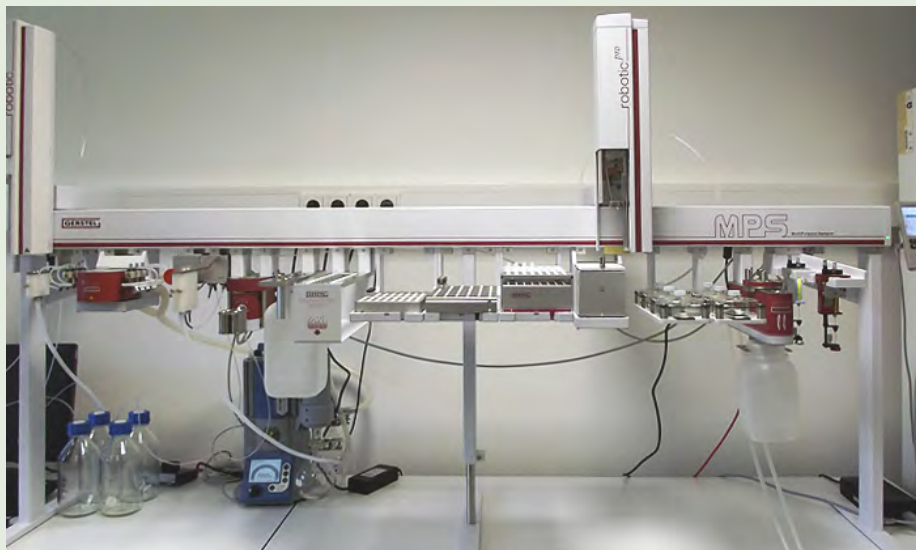
Systemrelevanter Pestizidnachweis

Weil sie Bienen schädigen, hat die Europäische Union den Feldeinsatz dreier Schädlingsbekämpfungsmittel aus der Gruppe der Neonicotinoide untersagt. Analytisch lässt sich das Verbot mittels GC/MS und LC/MS überwachen. Die Automatisierung der Probenvorbereitung macht Sinn. Wir zeigen, wie man die Bestimmung verbotener Neonicotinoide optimieren kann.

Von Guido Deußing

Der Einsatz von Insektiziden in der Landwirtschaft sollte sich eigentlich positiv auf die Ernteerträge auswirken. Was aber, wenn ein Pflanzenschutzmittel nicht nur schädliches, sondern auch nützliches Getier überaus wirksam bekämpft und schädigen kann, Wild- und Honigbienen etwa, die ihrer natürlichen Bestäubungsarbeit wegen einen essenziellen Beitrag zum Ernteerfolg leis-

ten? Aus eben diesem Grund haben die Mitgliedsstaaten der Europäischen Union (EU) den Einsatz bestimmter Neonicotinoide verboten. Es handelt sich dabei um die drei hochwirksamen Insektizide Thiamethoxam, Imidacloprid und Clothianidin, die seit Sommer 2018 nicht mehr auf die Felder in der EU gebracht werden dürfen – weder als Beigabe von Saatgut noch als Spritzmittel.



Für die automatisierte Vorbereitung der Lebensmittelproben zur GC/MS- und LC/MS-Bestimmung von Neonicotinoiden verwendete MPS-Workstation.

Weitere Mitglieder der Gruppe der Neonicotinoide stehen derweil bereits unter Beobachtung.

Die drei dem Bann der EU unterworfenen Bienen killenden Wirkstoffe dürfen nicht mehr im Freiland eingesetzt werden, wohl aber noch in Gewächshäusern. Jedes Verbot ist aber nur so wirksam, wie sich seine Einhaltung überprüfen lässt, was vor allem dann erforderlich scheint, wenn die Anwendung einer Substanz in Ausnahmefällen erlaubt und damit auch ihr Eintrag in die Umwelt möglich ist. Die TeLA GmbH, ein in Geestland bei Bremerhaven ansässiges, auf die Lebensmittel- und Umwelanalytik spezialisiertes Auftragslabor, hat den Nachweis von Neonicotinoiden ins Leistungsspektrum aufgenommen. Im Hinblick auf die laborspezifischen Anforderungen orientierte sich das Unternehmen bei der Methodenentwicklung an gängigen Verfahren, wie Dr. Norbert Helle berichtet. Das Augenmerk habe dabei nicht allein auf der Machbarkeit der Analytik gelegen, schildert der promovierte Chemiker und Geschäftsführer der TeLA GmbH, sondern auch auf deren Effizienz.

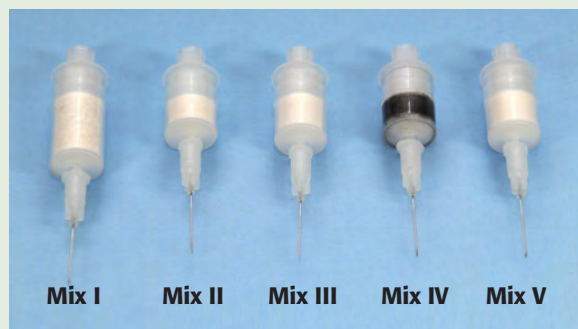
Dabei spiele sowohl die Geschwindigkeit eine Rolle, also nach welcher Zeit zuverlässig verwertbare Messergebnisse vorliegen, als auch der Arbeitsaufwand, der zu betreiben ist, um Kundenanfragen in einem adäquaten Zeitfenster zu beantworten. „Das heißt, für uns spielt die Automatisierung der Analytik eine wichtige Rolle, verbunden mit der Flexibilität, Methoden bei Bedarf auf andere Analyten und Fragestellungen ausweiten zu können“, sagt Dr. Norbert Helle.

Flexibilität bedeutet für die TeLA unter anderem auch, Neonicotinoide sowohl mittels HPLC-MS/MS als auch mittels GC-MS/MS bestimmen zu können. Die Applikationsexperten der TeLA hatten zuvor bereits tiefgreifende Erfahrungen bei der Analyse eines anderen Insektizids, namentlich Fipronil, sammeln können [1]:

Bei der Analyse von Fipronil wie auch bei Pestiziden allgemein erweist sich die QuEChERS-Methode [2] als Mittel der Wahl. Das Akronym steht für Quick, Easy, Cheap, Effective, Rugged, Safe und beschreibt die Eigenschaften des zugrunde liegenden Extraktionspro-

zesses. Kennzeichen der QuEChERS-Methode ist der Einsatz einer dispersiven Festphasenextraktion (SPE), die vor allem dazu dient, störende Matrixkomponenten aus der Probe zu entfernen und einen für die anschließende Analyse benötigten sauberen Extrakt zu erhalten.

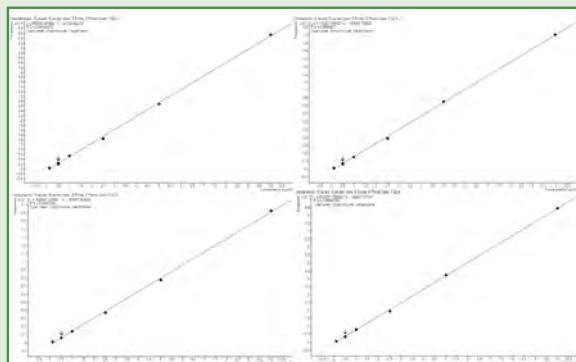
Die Bestimmung von Neonicotinoiden gemäß der klassischen QuEChERS-Methode aus Lebensmittelproben, unter anderem Getreide und Äpfel, gestaltet sich wie folgt: 10g homogenisierte Probe werden mit 10 mL Acetonitril und dem internen Standard versetzt, gemixt und extrahiert. Anschließend werden Magnesiumsulfat und Natriumchlorid zur Probe dosiert. Sie wird erneut geschüttelt und dann zentrifugiert. Die Salzzugabe ermöglicht die Trennung der Acetonitril- und Wasserphase (untere Phase). Ein Aliquot des Überstandes wird entnommen, mit Magnesiumsulfat und einem geeigneten Sorbens versetzt (was den dispersiven Charakter dieser SPE-Methode erklärt), um die mitextrahierten Matrixbestandteile selektiv zu entfernen. Der Extrakt wird geschüttelt und zentrifugiert. Der Überstand kann schließlich zur chromatographischen Untersuchung eingesetzt werden: mittels GC/MS (nach Einengen des Extrakts und Wiederaufnahme in Hexan) oder LC/MS (Extrakt nach Verdünnen mit Wasser).



Für die automatisierte Durchführung der QuEChERS-Festphasenextraktion mit dem MPS sind Kartuschen mit unterschiedlichen Sorbensmischungen kommerziell verfügbar.

Dr. Norbert Helle und Kollegen wählten indes eine andere Vorgehensweise. Mit dem Ziel der Automatisierung der Neonicotinoid-Analytik respektive der grundlegenden Extraktionsschritte setzten sie keine disperse SPE ein, sondern klassische, kommerziell erhältliche QuEChERS-SPE-Kartuschen (MACHEREY-NAGEL), deren Sorbensbett aus einer vergleichbaren Mischung der Sorbentien bestand. Diese Kartuschen sind mit Transportadaptern versehen, durch die ihr Einsatz auf einem geeigneten Autosampler möglich wird. Die Applikationsexperten verwendeten hier einen MultiPurposeSampler (GERSTEL-MPS-Workstation). Zunächst wogen sie zehn Gramm Probe in ein 50-mL-Zentrifugenröhrchen ein und dosierten 30mL Acetonitril so-

wie den internen Standard hinzu. Zum Einsatz kamen deuterierte Analoga wie Metazachlor-d6 und Carben-dazim-d3. Anschließend wurde die Probe geschüttelt und zentrifugiert. Aus dem Überstand wurden 10 mL in ein Probenvial pipettiert, das dann auf dem MPS platziert wurde. Dr. Helle beschreibt den weiteren, vollständig automatisierten Arbeitsablauf wie folgt: „Der MPS entnimmt 7 mL Probenlösung und gibt sie auf die erste SPE-Kartusche (QuEChERS-Mix I, MACHEREY-NAGEL). Das Eluat wird in einem leeren Vial aufgefangen und zwischengelagert, die Kartusche verworfen. Sodann entnimmt der MPS 3,5 mL des Eluats des ersten SPE-Schrittes und dosiert es auf eine zweite SPE-Kartusche (Mix III). Der von der Matrix befreite Ex-



Die von Helle et al. entwickelte Methode zum Nachweis von Neonicotinoiden zeigt eine gute Linearität im Konzentrationsbereich 0,1 bis 10 ng/L.

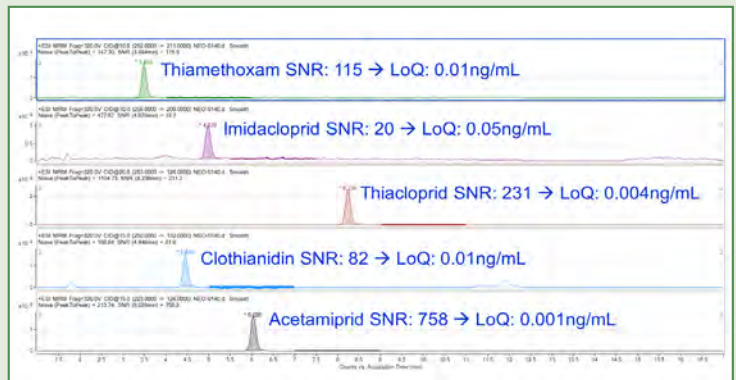
trakt wird in einem 10-mL-Vial aufgefangen, der MPS überführt ein Aliquot in ein 2-mL-Vial, das in der angeschlossenen Eindampfstation (GERSTEL[™]VAP) bis zur Trockene eingedampft wird. Für die Rekonstitution des Rückstands wählt der MPS in Abhängigkeit von der nachfolgenden Analyse das geeignete Laufmittel: Hexan, sofern es sich um eine GC-Messung handelt, oder ein Acetonitril-Wasser-Gemisch, wenn die HPLC zur Anwendung kommt. Für beide Messungen lassen sich Proben auch simultan vorbereiten.“

Die Applikationsexperten des TeLA-Auftragslabors führten die Bestimmung auf der HPLC-MS/MS aus. Für die Vermessung der mit den Neonicotinoiden Thiamethoxam, Clothianidin, Imidacloprid, Acetamiprid und Thiocloprid dotierten wässrigen und Lebensmittelproben kam ein Agilent-6470-Triple-Quadrupol-Massenspektrometer zum Einsatz. Die Trennung der Analyten erfolgte auf einer RP-Säule der Marke Bluebird (150x3 mm) von MACHEREY-NAGEL, die Elution mit einem Eluentengradienten, bestehend aus fünf millimolarer (mM) Ameisensäure und Acetonitril (Flussgeschwindigkeit: 0,2 mL/min; Temperatur: 45 °C).

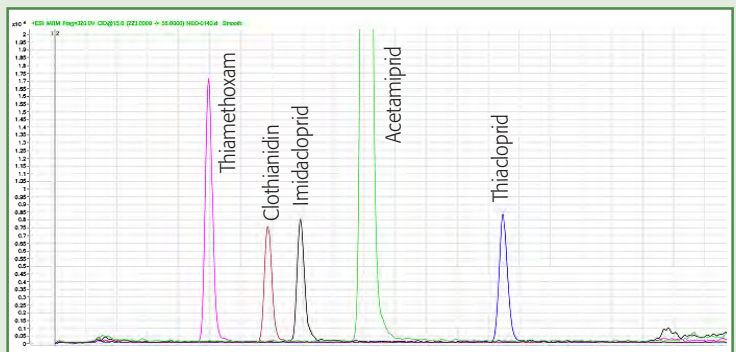
Nach Auswertung der Messresultate kommen Dr. Helle und Kollegen zu dem Schluss, die von ihnen in der Laborroutine etablierte Methode zum Nachweis von Neonicotinoiden überzeuge nicht nur im Endergebnis, sondern auch durch ihre einfache Handhabung und große Effizienz. Ein vergleichbares Bild spiegelten die relevanten statistischen Parameter wie Präzision und Richtigkeit wider. Die Wiederfindung habe im Schnitt zwischen 85

„Die Biene ist systemrelevant und damit gilt: Was der Biene schadet, schadet dem Landwirt und damit uns allen.“

Bundeslandwirtschaftsministerin Julia Klöckner
(Quelle: Welt, 19. 05. 2018, <http://bit.ly/2lYjZnw>)



Die Bestimmungsgrenzen (LOQs) lagen meist unter 0,5 µg/kg in Lebensmitteln und 0,05 µg/L in wässrigen Proben.



Chromatogramm einer gemessenen Neonicotinoid-Probe: Die in der Laborroutine der TeLA GmbH etablierte Methode überzeugt durch Einfachheit, Effizienz und Qualität.

Abbildungen (3): TeLA GmbH

und 95 Prozent gelegen, die relative Standardabweichung (RSD) unter fünf Prozent. Ihre automatisierte Methode gewährleiste in der Laborroutine in Bezug auf die ausgewählten Analyten eine gute Linearität im Konzentrationsbereich von 0,1 bis 10 ng/mL. Laut Dr. Norbert Helle lagen die Nachweisgrenzen (LOQ) in der Regel unter 0,5 µg/kg in Lebensmitteln und unter 0,05 µg/L in wässrigen Proben. Sofern Schritte zur Aufkonzentrierung der Analyten eingebunden würden, ließen sich die Nachweisgrenzen überdies weiter senken.

Referenzen

- [1] Guido Deußing, Ei der Daus, GERSTEL Aktuell 54 (2018) 4-6, <http://bit.ly/31lplxV>
- [2] Michelangelo Anastassiades, Steven J. Lehotay, Darinka Stajnbacher, Frank J. Schenck, Fast and easy multiresidue method employing acetonitrile extraction/partitioning and „dispersive solid-phase extraction“ for the determination of pesticide residues in produce, Journal of AOAC International 86 (2003) 412-431, <http://bit.ly/2WRzXWX>

Das Sterben der Bienen

Die seit Jahrtausenden währende Partnerschaft Mensch – Biene ist in Gefahr: Seit den Neunzigerjahren greift das Massensterben von Bienen um sich, 2016 verendete in Deutschland schon jedes dritte Bienenvolk. Eine Welt ohne die universellen Bestäuber hätte für uns Menschen eine gravierende Verschlechterung der Ernährungslage zur Folge. Wissenschaftler, die nach den Ursachen des Bienensterbens forschen, haben die Agrarindustrie rund um den Globus im Visier, deren naturferne Methoden Bienen nachweislich krank machen können.

Von Dr. Markus Weber* und Guido Deußing

Die Honigbiene ist nach Rind und Schwein das dritt-wichtigste landwirtschaftliche Nutztier. Imker und Bienen kooperieren seit mindestens achttausend Jahren. Dabei haben Arbeiterbienen, übrigens durchweg weibliche Tiere, eine Lebenserwartung von nur etwa sechs Wochen. Doch das Bienenvolk lebt potenziell ewig, weil die Bienenkönigin, Mutter sämtlicher Nachkommen im Stock, jeden Tag an die 2.000 Eier legt und so stets für reichlich Nachwuchs sorgt. Die Königin selbst lebt bis zu vier Jahre, bevor sie durch eine neue ersetzt wird.

Als „Chemiker der Natur“ erzeugen Bienen auch von uns Menschen geschätzte Produkte, allen voran Honig. Dieser besteht aus pflanzlichem Nektar, dem die Arbeiterbienen nach ihrem Blütenflug Wasser entzogen und Enzyme, Antioxidantien etc. zugesetzt haben. Aus dem zuckrigen Blütensaft, in dem Glukose und Fruktose gelöst sind, wird so ein hochkonzentrierter, eingedickter, lagerungsfähiger Energievorrat, den das Bienenvolk anlegt, um sich von ihm zu ernähren, insbesondere um die Larven und die Königin über den Winter zu retten. Da die Imker den Futterhonig aber stibitzen, müssen sie den Bienen Ersatz anbieten, zumeist zucker- oder stärkehaltigen Sirup. Für ein Glas Honig müssen die Arbeiterbienen eines Bienenvolks rund 40.000 Mal ausfliegen. Die einzelne Biene produziert in den sechs Wochen ihres kurzen Lebens etwa ein Achtel der Honigmenge, die auf einen Kaffeelöffel passt. Der von den Arbeiterbienen beim Nektarsammeln an ihren Hinterbeinen abgestreifte Blütenstaub (Pollen) dient vorrangig der Ernährung der Brut. Drei Esslöffel enthalten so viel Protein wie 250 Gramm Rindfleisch. Beim Gelée royale handelt es sich um ein nährstoffreiches Sekret aus den Drüsen von Ammenbienen. Wird eine ganz gewöhnliche Bienenlarve damit gefüttert, reift sie zur Bienenkönigin heran. Mit dem aus Baumrinde und -knospen gewonnenen Kittharz Propolis dichten die Bienen ihren Stock nach außen ab (Bollwerk „vor der Stadt“ = „pro polis“) und schützen ihn so vor Bakterien,

Pilzbefall und Fäulnis. Übrigens: Die alten Ägypter verwendeten Propolis, um ihre Toten zu mumifizieren.

Der Nutzen, den die Bienen selbst aus ihren Erzeugnissen ziehen, wird leider immer geringer. Jedenfalls verhindert die „Naturapotheke“ im Bienenstock nicht das überall in der industrialisierten Welt grassierende Bienensterben, dessen Ausmaß und Geschwindigkeit die während der Überwinterung üblichen Völkerverluste bei Weitem übertrifft. 2010 verendete in Deutschland etwa jedes fünfte Bienenvolk, 2016 war es bald jedes dritte. Hinzu kommt ein rätselhaftes Phänomen, das 2006 erstmals in den USA zu beobachten war und sich seither rund um den Globus ausbreitet: das urplötzliche Verschwinden von Abermillionen Arbeiterinnen eines Honigbienenvolks, ohne dass im Umkreis der Stöcke tote Bienen zu finden wären. Zurück bleiben lebensfähige Larven, eine Abordnung Ammenbienen, eine gesunde Königin und Honigvorräte im Überfluss. Forscher sprechen von Colony Collapse Disorder (CCD), zu Deutsch: Völkerkollaps.

Ob Sterben oder CCD, so oder so fällt die Biene massenhaft als Bestäuber aus. Rund 80 Prozent aller Nutzpflanzen sind von Fluginsekten abhängig, die den männlichen Pollen auf den Stempel, das weibliche Organ der Pflanze, übertragen – und damit vor allem von den Bienen. Wildbienen, zu denen auch die Hummeln gezählt werden, können nur partiell in die Bresche springen. Sie gelten wegen ihres haarigen Körpers zwar als die effektivsten Bestäuber, doch sind sie auf bestimmte Pflanzen spezialisiert und decken somit das Spektrum der „Generalistin“ Honigbiene nur ausschnitthaft ab. Hinzu kommt, dass auch die Wildbienen in ihrem Bestand gefährdet sind: In Nordrhein-Westfalen etwa waren schon vor Jahren 45 der einst 364 dort heimischen Arten ausgestorben.

Was aber ist die Ursache des Massensterbens der Bienen? Vieles spricht dafür, dass mehrere Faktoren zusammentreffen und interagieren müssen, bevor es tatsächlich ausbricht. Ein Übeltäter ist die von der asiatischen



Bild: istock/dtimiraos

Honigbiene *Apis cerana* eingeschleppte Milbe *Varroa destructor*. Während *Apis cerana* sich gegen den Parasiten zu wehren lernte, hat die bei uns heimische Honigbiene *Apis mellifera* noch keine entsprechenden Abwehrstrategien entwickelt und wird durch beim Biss der Milbe übertragene Viren geschwächt und dahingerafft. Auch Wildbienen sind übrigens gegen *Varroa* resistent, trotzdem sind sie Opfer des Bienensterbens – es muss also weitere Gründe geben.

In den Blickpunkt rücken die Lebensbedingungen, denen die ins Agrarjoch eingespannten Bienen ausgesetzt sind: Monokulturen bedeuten vielerorts den Verlust des natürlichen Lebensraums, d. h. ein begrenztes, einseitiges, oft pestizidbelastetes Nahrungsangebot. Imker gleichen den Mangel durch Nährstoffe, Vitamine und Medikamente aus. Sie karren ihre Bienenstöcke durch die Lande, stets dorthin, wo es gerade blüht. Für die Bienen bedeutet das einen ständigen Wechsel von Nahrung, Mikroklima und pathogenen Einflüssen, dem sie kaum gewachsen sind. Den auf Friedfertigkeit und hohe Honigleistung gezüchteten Populationen mangelt es an genetischer Vielfalt und damit Anpassungsfähigkeit. DNA-Sequenzierungen haben ergeben, dass solche Bienen eine genetisch bedingte Immunschwäche und eine geringe Entgiftungskapazität haben, eine offene Flanke für Pestizide und Insektizide aller Art. Das gilt insbesondere für Neonicotinoide, die das zentrale Nervensystem von Insekten angreifen und mit denen das Saatgut u. a. für Mais, Raps oder Sonnenblumen gebeizt wird. Das Gift gerät in sämtliche Pflanzenteile, ist also auch in Pollen und Nektar zu finden. Die Bienen nehmen es ihr kurzes Leben lang auf und kontaminieren mit ihm auch den Stock, wie Entomologen der Pennsylvania State University frühzeitig nachwiesen.

Auch wenn es sich um subletale toxische Dosen handelt, die nicht unmittelbar zum Tod führen, ist die Exposition für die Bienen fatal: Sie werden immunologisch geschwächt und damit anfälliger für Krankheitserreger. Und sie erleiden Nervenschäden, die mit einem Verlust von Orientierung und Gedächtnis einhergehen, sodass sie irgendwann nicht mehr zu ihrem Stock zurückfinden. Eine plausible Erklärung für CCD – spätestens seit Biologen der Harvard University einen direkten Zusammenhang zwischen CCD und Imidacloprid, einem Neonicotinoid, herstellen konnten.

Die Erkenntnisse zeigten Wirkung: Am 27. April 2018 beschloss die EU-Kommission ein Verbot des Einsatzes der Neonicotinoide Imidacloprid, Clothianidin und Thiamethoxam in Freilandkulturen – eben wegen der bestehenden Risiken für Wild- und Honigbienen. Dem vorausgegangen war Ende April 2013 ein Teilverbot des Trios in 15 EU-Mitgliedsstaaten, darunter auch Deutschland. Das französische Landwirtschaftsministerium hatte bereits 1999 die Zulassung von Imidacloprid ausgesetzt.

Auch zu Glyphosat gibt es in Sachen Bienensterben alarmierende Neuigkeiten – zum einem Funde des Unkrautvernichters in jedem dritten Honigglas durch die

Stiftung Warentest, zum anderen eine Studie von Biologen der University of Texas in Austin, die nachwies, dass Glyphosat das Enzym 5-Enolpyruvylshikimat-3-phosphat-Synthase (EPSPS) blockiert, ohne das Bakterien im Darm der Bienen nicht (über)leben können. Sterben daraufhin die Bakterien, schrumpft das Darmmikrobiom der Bienen – mit der Konsequenz einer messbaren Schwächung ihres Immunsystems und einer Zunahme des letalen Ausgangs von Infektionen.

Die düstere Vision einer Welt ohne Bienen findet sich bereits in Rachel Carsons 1962 erschienenem Buch „Der stumme Frühling“, dessen Erfolg das Verbot von DDT nach sich zog. Um das Überleben der Spezies zu sichern, erwägen einige Wissenschaftler nun Eingriffe ins Erbgut der Bienen, damit sie an dem, was sie derzeit dahinrafft, künftig nicht mehr sterben. Andere Wissenschaftler plädieren für eine Kehrtwende in der Landwirtschaft, die längst überfällig sei. Denn die Bienen könnten durchaus ohne uns existieren, wir aber nicht ohne sie. „Wir werden vielleicht mit den Bienen verschwinden“, lautet der Kassandraruß von Paul Ralph Ehrlich, Professor für Biologie an der Stanford-Universität/USA.



Glyphosat/AMPA analysieren

In Zusammenarbeit mit den LC/MS-Experten der TeLA GmbH hat GERSTEL eine HPLC-basierte SamplePrep-Solution für die Bestimmung von Glyphosat und dessen wichtigsten Metaboliten AMPA entwickelt und vielfach erfolgreich im Markt platziert. Die Systemlösung umfasst eine LC-MS/MS-Kombination von Agilent Technologies, den GERSTEL-MPS für die automatisierte Probenvorbereitung sowie die GERSTEL-SPE^{xos}, eine spezielle Festphasenextraktionseinheit, die mit kleineren Kartuschen arbeitet und damit zu einer Einsparung von Lösungsmitteln beiträgt. Der Einsatz des online gekoppelten MPS-SPE^{xos}-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 bei einer gleichzeitigen Reduktion des Lösungsmitelesatzes.

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 Chemlka, Apropos Glyphosat, GERSTEL Aktuell 46 (2019) 6-9, <http://bit.ly/2JOROMI>

Die GERSTEL GmbH & Co. KG ist ein weltweit tätiges mittelständisches, familiengeführtes Technologieunternehmen. Mit rund 200 Mitarbeitern entwickeln, produzieren und vertreiben wir hochwertige automatisierte Analysensysteme. Wir expandieren und suchen Sie zur Erweiterung unseres Anwender-teams am Standort Mülheim an der Ruhr in unbefristeter Anstellung als neuen

Applikationsexperten (w/m/d)

Ihre Aufgabe

- Planung, Erstellung und Durchführung von LC- und LC/MS-Applikationen
- Statistische Auswertung von Messergebnissen einschließlich ihrer publikationsreifen Dokumentation
- Unterstützung unserer Kunden in der Entwicklung und Etablierung von Applikationen in der Labor-routine
- Planung und Durchführung von Software- und Hardwareschulungen (LC und LC/MS)
- Durchführung von Software- und Hardware-demonstrationen (LC und LC/MS)
- Zusammenarbeit und Unterstützung im Rahmen abteilungsinterner und -übergreifender Projekte

Wir erwarten

- Abgeschlossenes Chemiestudium oder eine vergleichbare Qualifikation
- Fundierte Kenntnisse der instrumentellen Spurenanalytik, insbesondere in der Bestimmung organi-scher Verbindungen mittels LC und LC/MS
- Ausgeprägte Kompetenz in der Entwicklung und Anwendung von LC/MS-Methoden
- Ausbaufähige Erfahrungen in Umgang und Handhabung von Geräten und Systemen für die auto-matisierte Probenvorbereitung und Probenaufgabe
- Rasche Auffassungsgabe und ein tief greifendes Verständnis chemisch-analytischer Hintergründe und Zusammenhänge
- Technisches Geschick in der Handhabung automatisierter LC- und LC/MS-Komplettsysteme
- Vortrags- und Gesprächskompetenz
- Teamfähigkeit
- Erfahrung im Umgang mit MS-Office-Anwendungen und gängigen Chromatographie-Software-Pake-ten und -Datenbanken
- Deutsch und Englisch in Wort und Schrift

Sie erwartet

- 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 stehen Ihnen unsere Applikationsexperten Carlos Gil und Dr. Oliver Lerch (Telefon 0208-76503-0) zur Verfügung. Ihre schriftliche Bewerbung einschließlich entsprechend aussagekräftiger Unterlagen, Ihrer terminlichen Verfügbarkeit und Gehaltsvorstellung senden Sie bitte per E-Mail an gerstel@gerstel.de.

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



Schmerzmittelmissbrauch im Visier

Bild: istock/dtiraos



Wenn es um die Extraktion von Drogen- und Arzneimittelwirkstoffen geht, kommt meist die klassische Festphasenextraktion (SPE) zum Einsatz. Eine SPE-Variante, namentlich die Disposable Pipette Extraction (DPX), verspricht eine höhere Effizienz und einen geringeren Lösungsmittelverbrauch.

Von Guido Deußing

Im Jahr 2017 starben laut US-amerikanischer Gesundheitsbehörde CDC (Centers for Disease Control and Prevention) in den USA 70.237 Menschen an einer Überdosis Drogen. In 47.699 Fällen (68 Prozent) führte die missbräuchliche Einnahme von Opioiden den Tod herbei. Gemeint ist nicht zwangsläufig Heroin, das bekannteste halbsynthetische Opioid, gewonnen aus Morphin, das im getrockneten Saft (Opium) des Schlafmohns enthalten ist. Maßgeblichen Anteil hatten Opioid-Analgetika, also Medikamente wie Fentanyl, Oxycodon und Tramadol, die zur Behandlung starker und chronischer Schmerzen eingesetzt werden, wie sie etwa bei Krebserkrankungen auftreten. Opioid-Analgetika werden, wie die Untersuchung tödlich verlaufender Drogenmissbrauchsfälle ergab, häufig zusammen mit Heroin konsumiert [1].

Die in den USA ermittelten Opioid-bedingten Todesfälle erweisen sich als Spitze eines eklatanten Opioid-Missbrauchs. Die Zahl der tatsächlich von Opioiden Abhängigen dürfte weitaus größer sein. Die CDC sprechen gar von einer Opioid-

Epidemie, die in den USA grassiere, gefördert durch eine allzu leichtfertige Handhabung bei der ärztlichen Vergabe Opioid-haltiger Medikamente, wie Medienberichte mutmaßen [2-4]. Mit einer umfangreichen Aufklärungskampagne versuchen die CDC, auf die Gefahren des Opioid-Konsums hinzuweisen [5].

Mehrwert der dispersiven Extraktion

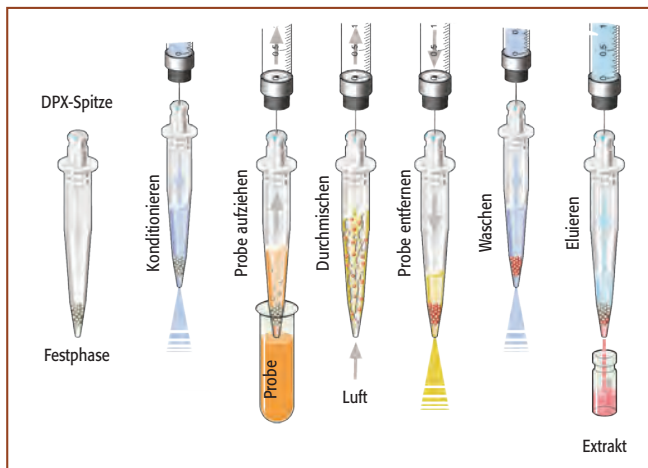
Auch aus forensisch-toxikologischer Sicht stellt der Missbrauch von Opioiden respektive deren Nachweis eine Herausforderung dar – einerseits wegen der Vielzahl am

Markt verfügbarer Präparate, andererseits aufgrund der Probenvorbereitung, die ihrer analytischen Bestimmung vorausgeht. Applikationsexperten der in Linthicum im US-Bundesstaat Maryland ansässigen GERSTEL, Inc. haben sich der Herausforderung gestellt und eine vollständig automatisierte LC-MS/MS-basierte Analysenmethode entwickelt, die es erlaubt, unterschiedlichste Opiode



Foto: GERSTEL

MPS-robotic^{pro} mit DPX-Option und ^mVAP in Kombination mit einem HPLC-QQQ-MS-System, verwendet für die Bestimmung unterschiedlicher Opiode in Urin.



Grafische Darstellung der DPX.

schnell, effizient, sicher, sensitiv und auf komfortable Art und Weise in Urin zu bestimmen [6].

Ihre Methode unterscheidet sich von gängigen Vorgehensweisen insbesondere hinsichtlich der Art, wie die Analyten hydrolysiert und extrahiert würden: Statt der klassischen Festphasenextraktion über gepackte Säulen wenden Foster et al. die Disposable Pipette Extraction (DPX) an. Bei der DPX handelt es sich um eine SPE-Variante, bei der das Sorbens nicht gepackt vorliegt, sondern innerhalb einer Pipettenspitze frei beweglich ist. Dadurch wird beim Extraktionsvorgang, initiiert durch das Ansaugen der Probenflüssigkeit in die Pipettenspitze, einerseits der Stoffaustausch mit der flüssigen Probe um ein Vielfaches beschleunigt, andererseits ist auch das benötigte Probenvolumen deutlich geringer. Diese Aspekte, verbunden mit der Möglichkeit, den Analysenablauf einschließlich Probenvorbereitung, Chromatographie und Detektion intelligent zu automatisieren, ließen Foster et al. die DPX als Verfahren der Wahl erscheinen.

Erfolgreiche Automatisierung

Es bedarf einer Vielzahl unterschiedlicher Probenvorbereitungsschritte, bevor sich durch die Analyse von Urin qualitative wie quantitative Rückschlüsse auf die konsumierten Opiode ziehen lassen. Am Anfang steht die enzymatische Hydrolyse der Analyten aus ihrer konjugierten Form (Glucuronide) in die molekulare Ausgangsform. Als Biokatalysator dient hierbei β -Glucuronidase; das Enzym ist in der Lage, mehrere Drogenklassen innerhalb von 30 Minuten mit hoher Leistung, sicher und reproduzierbar zu hydrolysieren, insofern pH-Wert, Temperatur und Einwirkdauer richtig eingestellt und gut aufeinander abgestimmt sind, berichten Foster et al.

Um schließlich noch die geforderten niedrigen Detektionsgrenzen für die jeweiligen Drogenverbindungen und ihre Metaboliten zu erreichen, sind störende Matrixbestandteile, etwa Salze, zu entfernen, wie sie in Urin natürlicherweise vorhanden sind oder im Zuge der Hydrolyse als Nebenprodukte anfallen können.

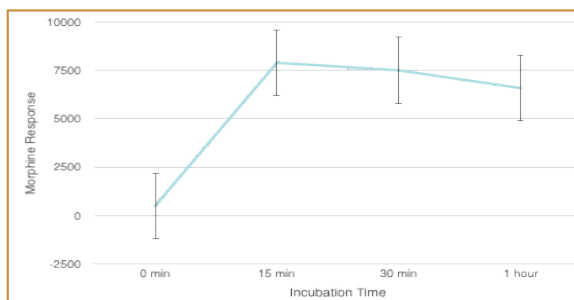
Zur Vorbereitung und Aufgabe der Urinproben verwendeten Foster et al. einen MultiPurposeSampler (GERSTEL-MPS). Das System in der Ausführung „ro-

botic^{PRO4} war für die vollständig automatisierte Durchführung der DPX sowie weitere Probenvorbereitungsschritte ausgestattet, u. a. mit einer MultiPositionEvaporation-Station (GERSTEL-^mVAP) zwecks Eindampfens der Proben und Lösungsmittelwechsels. Für die Analyse setzten Foster et al. ein online gekoppeltes Agilent-1260-HPLC-System, eine Poroshell-120-EC-C18-Säule (3,0 x 50 mm, 2,7 mm; Agilent Technologies) und ein Triple-Quadrupol-Massenspektrometer (QQQ-MS) mit Jet-Stream-Elektrospray-Quelle (Agilent Ultivo) ein. Die Methodenentwicklung erfolgte unter Einsatz realer Urinproben, die mit einer Masterlösung aus unterschiedlichen Opioiden dotiert waren. Bei den eingesetzten Wirkstoffen handelte es sich vornehmlich um Analgetika, die zum Teil dem hiesigen Betäubungsmittelgesetz (BtMG) unterliegen, namentlich Buprenorphin, Codein, Fentanyl, Furanylfentanyl, Hydrocodon, Hydromorphon, Meperidin, Methadon, Morphin, Norbuprenorphin, Norfentanyl, Oxycodon, Oxymorphin, Sufentanil und Tramadol. Als interne Standards wurden deuterierte Analoga von Morphin, Norbuprenorphin, Tramadol, Buprenorphin, Meperidin, Fentanyl, Norfentanyl und Methadon verwendet, die als Lösung in einer Methanol-Wasser-Mischung (1:9) angesetzt waren.

Fokus auf die Durchführung

Die Bestimmung von Opioiden mittels LC/MS- oder GC/MS-Verfahren ist Routine und soll daher an dieser Stelle nur gestreift werden. Anders die Probenvorbereitung, die unter Einsatz der DPX automatisiert auf dem GERSTEL-MPS, sprich einem gängigen Probenvorbereitungsroboter, erfolgt. Gesteuert wird der MPS mittels GERSTEL-MAESTRO-Software, die sich in diverse Chromatographie-Softwareprogramme integrieren lässt. Für die Analyse verwendeten Foster et al. Urinproben von jeweils 250 μ L Volumen, die zunächst von Hand in saubere 2-mL-Autosamplervials pipettiert und mit magnetischen Kappen für den späteren Transport im Autosampler verschlossen wurden, der die weitere Probenvorbereitungssequenz (Prep-Sequenz) vollständig automatisiert durchführt:

Hydrolyse: Der MPS fügt der Urinprobe 135 μ L der oben genannten Masterlösung hinzu. Anschließend wird das Vial zur ^mVAP-Station bewegt, wo die Probe 30 Minuten bei 55 °C inkubiert und bei 250 U/min durchmischt wird. Danach überführt der MPS 250 μ L der hydrolysierten



Bildung von Morphin aus Morphin-6 β -D-Glucuronid in Abhängigkeit von der Hydrolysezeit.

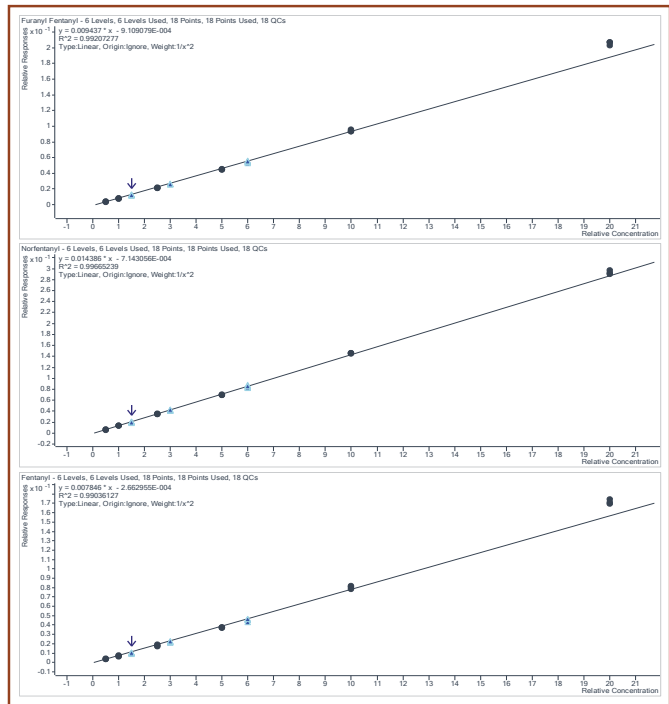
Urinprobe in ein sauberes, leeres, oben offenes Shell-Vial, fügt 100 µL einer zweiprozentigen Ameisensäure-Lösung in Wasser sowie 125 µL Acetonitril hinzu. Der Roboter zieht die Probe in eine leere Pipettenspitze, durchmischt sie durch Ansaugen von Luft und gibt sie zurück ins Vial. **DPX-Extraktion:** Der MPS konditioniert eine DPX-CX-Spitze mit 500 µL einer 30-prozentigen Acetonitril-Wasser-Lösung, saugt die gesamte hydrolysierte Urinprobe an und mischt Probe und Sorbens dispersiv durch Ansaugen von Luft. Die Probe wird 30 Sekunden equilibriert und in das Shell-Vial dispensiert. Die Extraktion der hydrolysierten Urinprobe wird wiederholt. Der MPS wäscht das DPX-CX-Sorbens mit 500 µL einer zehnpromzentigen Acetonitril-Wasser-Lösung, dann mit der gleichen Menge reinen Acetonitrils. Die Analyten werden aus dem DPX-CX-Sorbens eluiert unter Einsatz von 750 µL einer Lösung aus Methylenchlorid, Isopropylalkohol und Ammoniumhydroxid (78:20:2). Das Eluat wird in einem sauberen 2-mL-Autosamplervial aufgefangen, die DPX-CX-Spitze wird in der Waste-Station entsorgt und 600 µL des Eluats werden in ein sauberes und leeres 2-mL-Autosamplervial, das mit einer magnetischen Kappe versehen ist, transferiert.

Eindampfen: Der MPS transportiert das Vial mit dem Eluat in die ^mVAP-Station, wo es bei 55 °C, 100 mbar und 250 U/min für die Dauer von zehn Minuten bis zur Trockene eingedampft wird. Die Aufnahme und Mischung des Rückstands erfolgt mit 250 µL einer 0,05-prozentigen ameisen-sauren Lösung, bestehend aus 5 mM Ammoniumformiat (A) und Methanol (B) in einem Mischungsverhältnis von 90:10. Anschließend transportiert der MPS das Vial zurück auf seine Ursprungsposition. Es folgt die Injektion von 2 µL ins HPLC-System, das auf eine Flussrate von 0,5 mL/min eingestellt ist und mit einem Eluentengradienten von A und B betrieben wird. Die Säulentemperatur beträgt 55 °C. Das QQQ-MS wird im positiven Ionenmodus (ESI) betrieben.

Blick auf das Ergebnis

Zur Bestimmung der optimalen Bedingungen für die Hydrolyse variierten Foster et al. die Dauer der Inkubation (0, 15, 30 und 60 Minuten). Sie verwendeten Urinproben, die mit jeweils 150 ng/mL Morphin-6β-D-Glucuronid dotiert waren. Nach 15 Minuten Inkubation zeigte das resultierende Morphin einen Maximalwert. Um sicherzustellen, dass alle Opiode vollständig und reproduzierbar hydrolysiert werden, wählten Foster et al. eine Inkubationszeit von 30 Minuten. Die Applikationsexperten schreiben, die Quantifizierungsgrenzen für alle Analyten hätten um den Faktor zwei niedriger gelegen als verlangt. Die lineare Regressionsanalyse habe für alle mit dieser Methode analysierten Opiode R²-Werte von 0,99 oder größer ergeben. Die Richtigkeit der Messung betrug für alle Analyten im Durchschnitt 95,2 Prozent, die Präzision bzw. die relative Standardabweichung (RSD) im Schnitt 3,9 Prozent.

Die hier beschriebene Methode erweise sich nicht allein in Bezug auf US-amerikanische Verhältnisse als beachtlich effizient, sondern auch mit Blick auf die Entwicklungen hierzulande, sagt GERSTEL-Applikationsexperte



Repräsentative Kalibrationsgeraden von Fentanyl, Norfentanyl und Furanyl-fentanyl.

Dr. Oliver Lerch vom Stammsitz des Unternehmens in Mülheim an der Ruhr: „Zwei Drittel der tödlich verlaufenen Drogenmissbrauchsfälle in Deutschland lassen sich laut ‚Drogen- und Suchtbericht 2018‘ auf die Einnahme opioidhaltiger Substanzen zurückführen.“ Zugleich hätten auch polyvalente Vergiftungen unter Beteiligung von Opioiden zugenommen [1], was den Einsatz leistungsstarker Analysemethoden in der forensischen Toxikologie rechtfertige. Auch für die Bestimmung von Opioiden aus der Matrix Serum habe das Unternehmen in Zusammenarbeit mit dem Institut für Rechtsmedizin der Heinrich-Heine-Universität Düsseldorf eine vollständig automatisierte SPE-GC/MS-Methode entwickelt [7, 8], berichtet Dr. Oliver Lerch.

Referenzen

- [1] Die Drogenbeauftragte der Bundesregierung: Drogen- und Suchtbericht 2018. <http://bit.ly/2KgEire>
- [2] Adelheid Müller-Lissner: Fluch und Segen von Schmerzmitteln. Tagesspiegel, 23. 1. 2018, <http://bit.ly/2WlaZVb>
- [3] Katharina Kort: Pharmafirmen sollten die Kosten für die US-Opioid-Epidemie tragen. Handelsblatt, 10. 3. 2019, <http://bit.ly/2WN3BmA>
- [4] Opioidkrise. Wikipedia, <http://bit.ly/2FidTFc>
- [5] Opioid Overdose. CDC Injury Center, <http://bit.ly/2KjK0sn>
- [6] Fredrick D. Foster, John R. Stuff, Jacqueline Whitecavage: Automated Hydrolysis, Extraction and Determination of Opioids in Urine using a Novel Robotic Autosampler and LC-MS/MS Platform. GERSTEL Application Note No. 199/2018, <http://bit.ly/2lbK0Ix>
- [7] Oliver Lerch, Oliver Temme, Thomas Daldrup, Comprehensive Automation of the SPE-GC/MS Analysis of Opioids, Cocaine and Metabolites from Serum and Other Matrices, GERSTEL Application Note 7/2013, <http://bit.ly/2lpxLbk>
- [8] Oliver Lerch, Oliver Temme und Thomas Daldrup, Comprehensive automation of the solid phase extraction gas chromatographic mass spectrometric analysis (SPE-GC/MS) of opioids, cocaine, and metabolites from serum and other matrices, Analytical and Bioanalytical Chemistry 18 (2014) 4443-4451, <http://bit.ly/2kdmNww>

Metabolomics

Der Duft der Frauen

Eva kann sich verschiedener Methoden bedienen, um jenen Zeitpunkt innerhalb ihres Menstruationszyklus zu bestimmen, der sich als günstig erweist, schwanger zu werden. Auch die Bestimmung flüchtiger Biomarker ist in mehrerlei Hinsicht zielführend: Eine Analyse biogener VOCs gibt Aufschluss über die Fruchtbarkeit.

Von Guido Deußing

Wenn es um die Partnerwahl geht, folgt Homo sapiens weniger dem, was er sieht, als vielmehr dem, was seine Nase registriert. Des Menschen Riechorgan ist vielseitig begabt; es nimmt sowohl offenkundig Olfaktorisches wahr, als auch Pheromone, die das Gegenüber quasi geruchsfrei emittiert und Organismen auf eine für sie unbewusste Weise kommunizieren lässt. Die dem Frauenkörper entströmenden flüchtigen organischen Verbindungen (VOCs), die in der Lage sind, des Mannes Begierde zu triggern, entstammen dem Metabolismus weiblicher Sexualhormone; deren wichtigste Vertreter sind die Östrogene und Progesteron. Diese Hormone steuern den weiblichen Menstruationszyklus und beeinflussen die Fruchtbarkeit der Frau. Es lässt sich damit, quasi evolutionsbiologisch erklären, warum Frauen während ihrer fruchtbaren Tage von der männlichen Nase als besonders anziehend wahrgenommen werden. Inzwischen hat man auch erkannt, warum manche Frau respektive ihr individueller Körpergeruch bei Männern besser ankommt als der Geruch einer anderen Frau: Auf den Mann besonders anziehend wirken Damen mit hohem Östrogenspiegel und niedrigen Progesteronwerten [1].

Weibliche Fruchtbarkeit im Blick

Ein Hormonspiegel mit viel Östrogen und wenig Progesteron zeugt also von Fruchtbarkeit. Diese bleibt indes nicht ein Leben lang auf einem konstant hohen Level, sondern nimmt mit dem Alter ab. Biologisch lässt sich das so erklären, dass das Verhältnis der Sexualhormone sich zuungunsten der Östrogene verschiebt. Diese Tatsache kontrastiert mit dem Wunsch nicht weniger Frauen, den Zeitpunkt einer Schwangerschaft frei zu wählen und die Mutterschaft den Lebensbedingungen individuell anzupassen. Das funktioniert, solange Mutter Natur mitspielt. Bei mancher Frau aber ist der Weg in die Schwangerschaft steinig und schwierig: Für geschätzt 1,6 Millionen Frauen in den USA im Alter bis 44 Jahre erweise sich der Versuch, auf natürliche Weise schwanger zu werden, als bleibende Herausforderung, meint Stephanie Marie Ong von der Arizona State University, USA [2].

Obgleich sich der US-amerikanische Markt für Fruchtbarkeitsdiagnostik mit 3,5 Milliarden US-Dollar beziffern lasse, gelinge es laut Ong nicht, verlässliche Aussagen über die Wahrscheinlichkeit zu machen, ob eine Frau

1. grundsätzlich und 2. mit zunehmendem Lebensalter schwanger werden könne. Zwar gelinge es, die Zeit des Eisprungs (Ovulation) auf unterschiedliche Weise recht genau zu ermitteln (und damit auch den optimalen Zeitpunkt für den Zeugungsakt), zum Beispiel vermittels Basaltemperaturmessung, Kalendermethode sowie spezieller Ultraschall- oder endokrinologischer Untersuchungen. Allen gebräuchlichen klinischen und daheim durchzuführenden Methoden gemein sei jedoch, schreibt Ong, dass sie eben nur einen einzigen Zeitpunkt bewerteten. Ihnen fehle das Vermögen, „Veränderungen im hormonellen Stoffwechsel über die Zeit hinweg zu quantifizieren“, was es erleichtern würde, generelle Aussagen über die Fruchtbarkeit zu treffen. Noch gibt es viele offene Fragen hinsichtlich der Ovulation und der physiologischen Gegebenheiten sowie über zeitlich limitierende Faktoren. Die richtigen Antworten darauf zu finden, könnte helfen, einen wichtigen Beitrag zu leisten, die Reproduktionsfitness der Frau zu erhöhen, ist Ong überzeugt.

Analytisches Set-up für Metabolismus-Studie gesucht

Um zu verstehen, was für die Entwicklung eines Lösungsansatzes erforderlich ist, braucht es Methoden, mit denen sich Reproduktionshormone in Echtzeit über die Dauer der reproduktiven Jahre einer Frau bestimmen lassen, schreibt Ong in ihrer Masterarbeit [2]. Dies könne zum Beispiel gelingen, indem man die dem hormonellen Stoffwechsel entstammenden Metaboliten analysiert. Die Beurteilung der Gesamtheit aller Metaboliten in biologischen Proben (Metabolomics) habe sich bereits in anderen Fällen zur Diagnose hormonell bedingter Erkrankungen als sinnvoll und nützlich herausgestellt.

Eine Metabolismus-Studie verlangt den Einsatz eines Analyseverfahrens, das es ermöglicht, die statistisch relevante große Zahl biologischer Proben, in denen sich die potenziell flüchtigen Metaboliten befinden, auf effiziente und zeitlich akzeptable Weise zu vermessen [3]. Als geeignet erweisen sich Urin, Speichel und Blut. Ong wählte als Probenbasis Harn, der sich auf einfachste Weise, ohne den Probengeber über Gebühr zu belasten, in hinreichend großer Menge gewinnen lässt. Extrahiert wurde mittels automatisierter Festphasenmikroextraktion (SPME), für die Analyse kam ein GCxGC-TOF-MS-System zum Einsatz. Zur Entwicklung einer ersten Datenbasis sammelte Ong über 28 Tage täglich Urinproben von zehn Frauen im Alter von 18 bis 28 Jahren unterschiedlicher Herkunft; keine

Darstellung eines GC/MS-Systems mit GERSTEL-Multi-PurposeSampler (MPS robotic), vergleichbar jenem, das Stephanie Marie Ong von der Arizona State University in den USA für ihre Metabolismus-Studie zur Bestimmung von Biomarkern der weiblichen Fruchtbarkeit verwendet hat.



Foto: istock/Siphotography

Nicht wenige Frauen wollen sich nicht dem Ticken der biologischen Uhr unterwerfen, sondern ihren Kinderwunsch nach individuellen Gesichtspunkten erfüllen, und zwar dann, wenn der aus ihrer Sicht richtige Zeitpunkt gekommen ist. Mutter Natur hat jedoch den zeitlichen Rahmen, in dem eine Schwangerschaft möglich ist, limitiert.

der Probandinnen nahm die Pille oder andere Medikamente, die das Hormongleichgewicht hätten stören und die Analysenergebnisse verfälschen können.

Ziel sei es gewesen, die flüchtigen Metaboliten, die mit den Sexualhormonen korrelieren, im Verlauf eines ganzen Menstruationszyklus zu monitoren. Vor der Probenentnahme (Mittelstrahlurin), die unter maximal sterilen Bedingungen erfolgte, durften die Frauen zwei Stunden lang keine Nahrung zu sich nehmen. Die Proben wurden innerhalb von vier Stunden nach der Probenentnahme aliquotiert und bei -80 °C gelagert. Um Kontaminationen zu vermeiden, die das Ergebnis der Messung hätten beeinträchtigen oder verfälschen können, verwendete Ong für die Analyse VOC-freie mit PTFE/Silikon-Kappen verschlossene 10-mL-Vials, die zuvor getrennt zwölf Stunden bei 100 °C gelagert wurden, um den VOC-Hintergrund zu reduzieren. Etwa eine Stunde vor der Analyse wurden sie auf Raumtemperatur gebracht und mit einem Milliliter der kurz zuvor gemixten Probe beschickt. Die Vials wurden verschlossen und auf dem gekühlten Probenteller des verwendeten Analysenroboters (GERSTEL-MultiPurposeSampler, MPS) bei 4 °C bis zur Analyse aufbewahrt. Bei 60 °C wurden die Urinproben dann fünf Minuten lang mit 250 U/min geschüttelt und inkubiert. Die Extraktion der flüchtigen Metabo-



Foto: GERSTEL / W. Scholl



istock / RossHelen

Rotes Fleisch fördert des Mannes Libido

Rotes Fleisch belebt das Liebesleben des Mannes und beeinflusst sein Paarungsverhalten. Das haben Studien mit 1.600 Männern in Australien, den USA und Großbritannien ergeben. Demnach entscheide sich der Mann bei der Menüauswahl eher für ein Fleischgericht, wenn neben dem Wunsch, Status und Reichtum auszustrahlen, auch die Motivation vorhanden sei, einen Paarungspartner zu finden. Die durchführenden Forscherinnen Eugene Y. Chan und Natalina Zlatevska erklären ihre Beobachtung so: „Die Verbindung zwischen Fleisch und Status beruht auf evolutionären Ursachen des Konsums. Höhlenbewohner verzehrten Fleisch, um stark, gesund und kraftvoll genug zu sein, die unwirtliche Umgebung zu überstehen. Königshaus und Adel konsumierten auch deshalb Fleisch, weil es Reichtum zur Schau stellte.“ Völlig gegensätzlich zum Verhalten des Mannes zeige sich jenes der Frau: Bei dem Versuch, Männer für sich zu interessieren, setze das weibliche Geschlecht auf Ausstrahlung und eine vegetarische Ernährungsweise. GD

Referenz

Eugene Y. Chan und Natalina Zlatevska, Is meat sexy? Meat preference as a function of the sexual motivation system, Food Quality and Preference 74 (2019) 78-87, <http://bit.ly/2RnzfVx>

liten aus dem Dampfraum über der Probe erfolgte mittels SPME unter Verwendung einer mit 30/50 µm DVB/CAR/PDMS beschichteten Faser. Vor jeder Probenextraktion wurde die Faser zehn Minuten lang bei 270 °C ausgeheizt. Extrahiert wurde bei 60 °C für die Dauer von 60 Minuten, wobei die Probe gleichzeitig mit 250 U/min geschüttelt wurde. Anschließend wurde die Faser für fünf Minuten bei 250 °C im GC-Injektor positioniert und es wurden die Analyten auf die GC-Säule überführt. Sämtliche Schritte von der Probenvorbereitung bis zur Probenaufgabe wurden vom MPS automatisiert ausgeführt.

Ong führte die Trennung der Analyten unter Einsatz eines zweidimensionalen Säulensatzes (GCxGC; Restek) aus (Säule 1: Rxi-624Sil MS [60 m x 250 µm x 1,4 µm], Säule 2: Stabilwax [1 m x 250 µm x 0,5 µm]). Die Säulen wurden unabhängig voneinander aufgeheizt. Das Temperaturprogramm von Säule 1 gestaltete sich wie folgt: 50 °C (2 min) – 5 °C/min – 225 °C (2 min) – 30 °C/min – 230 °C (30 min). Die zweite Säule wurde mit einer Verschiebung von 5 °C relativ zum Primärofen aufgeheizt. Die Detektion erfolgte mit einem Time-of-Flight-Massenspektrometer (TOF-MS/MS). Ein Quad-Jet-Modulator wurde mit 2-s-Modulationsperioden (0,5 s heiße und 0,5 s kalte

Pulse) verwendet, und zwar mit einem Versatz von +15 °C relativ zum Sekundärofen. Als Trägergas wurde Helium mit einem Fluss von 2 mL/min eingesetzt. Die Massenspektren wurden erfasst bei 100 Hz über einen Bereich von m/z = 35 bis 550. Die Datenerfassung erfolgte mit der ChromaTOF-Software (Leco).

Gute Resultate und eine Basis für weitere Forschung

Die oben beschriebenen Methodenparameter insbesondere hinsichtlich des eingesetzten Probenvolumens und der Extraktionsdauer hat Ong nach eigenen Angaben vor Beginn der eigentlichen Messung optimiert. Die Methode wurde von ihr täglich kalibriert. Insgesamt identifizierte Ong im Urin der Probandinnen 935 unterschiedliche Analyten. Darunter waren zehn Verbindungen, die sich im Urin aller Probandinnen befunden haben und die sich nach entsprechender statistischer Auswertung als Schlüsselanalyten für den weiblichen Menstruationszyklus bezeichnen lassen. Namentlich handelt es sich unter anderem um O-Cymen, 4,7-Dimethylbenzofuran, 3-Octen-2-on, Butylcyclobutan, 2,2-Dimethylbutanal sowie 2-Hexylfuran u. a., die insbesondere in der fruchtbaren Zeit einen deutlich Anstieg zeigten und damit potenziell als Biomarker für die Fruchtbarkeit der Frau herangezogen werden könnten beziehungsweise die eine statistische Signifikanz zeigten in Korrelation zu hormonellen Veränderungen, schreibt Ong. Künftig sollen die zehn Schlüsselverbindungen bei der Untersuchung unabhängiger Datensätze validiert und auf ihre Robustheit untersucht werden.

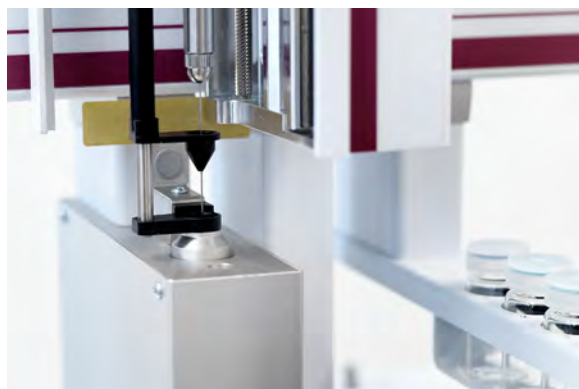


Foto: GERSTEL / Wolfram Schroll

Die Extraktion der flüchtigen Metaboliten aus dem Headspace erfolgte mittels SPME unter Verwendung einer DVB/CAR/PDMS-beschichteten Faser.

Referenzen

- [1] Janek S. Lobmaier, Urs Fischbacher, Urs Wirthmüller, Daria Knoch: The scent of attractiveness: levels of reproductive hormones explain individual differences in women's body odour. Proceedings of the Royal Society B, 12. September 2018, doi:10.1098/rspb.2018.1520, <http://bit.ly/2XosFEE>
- [2] Stephanie Marie Ong, Comprehensive Analysis of Volatile Biomarkers for Female Fertility, Arizona State University, May 2018, <http://bit.ly/2KRYCFY>
- [3] Guido Deußing, Automatisierte Massenanalyse – Epidemiologische Probensätze auf dem Prüfstand, GERSTEL Aktuell 53 (2018) 9-11, <http://bit.ly/2WOpif7>



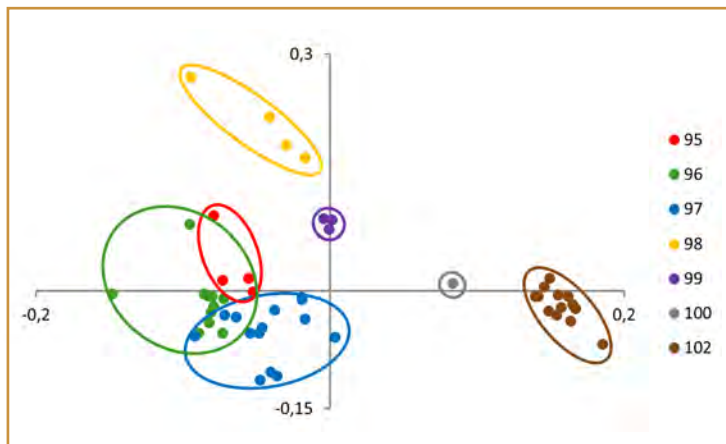
Automatisierte Prozessanalytik

Kraftstoffanalyse leicht gemacht

Auf der Suche nach einem Verfahren, mit dem sich die auf Zapfsäulen angegebene Oktanzahl (ROZ) von flüssigem Kraftstoff auf effiziente Weise bestimmen lässt, setzen Experten der Hochschule Niederrhein in Krefeld auf eine intelligent automatisierte NMR-Spektroskopie als innovative Methode zur Bestimmung der Klopfestigkeit von Ottokraftstoffen.

Wer einen Fahrradreifen mithilfe einer klassischen Handluftpumpe befüllt, erfährt unmittelbar die Untrennbarkeit der physikalischen Größen Druck, Volumen und Temperatur: Infolge der Arbeit, die an der Pumpe verrichtet wird, verringert sich das Volumen des Pumpenzylinders. Die Kompression verkürzt den Weg, den die Luftteilchen im Innern des Zylinders zurücklegen können und erhöht umgekehrt proportional die Geschwindigkeit, mit der sich die Teilchen bewegen, sowie den Druck, den sie ausüben, wenn sie auf die Zylinderwand treffen. Die Veränderung im Innern wird durch

eine Steigerung der Temperatur von außen spürbar. Würde nun der Luft unter Beibehaltung der instrumentellen Versuchsanordnung Benzin hinzugefügt, ließen sich unter Umständen auch chemische Veränderungen feststellen, und zwar dann, wenn sich die leicht entflammbare Benzin-Luft-Mischung infolge der kompressionsbedingten Temperaturerhöhung unkontrolliert entzündet und explosionsartig expandiert. Geschieht dies im Verbrennungsraum eines Benzin- oder Ottomotors, führt das zu dem im Fachjargon als „Klopfen“ bezeichneten Prozess - der ist allerdings unerwünscht.



Ergebnisse der PCA unter Verwendung der $^1\text{H-NMR}$ -Spektren von 53 verschiedenen Kraftstoffproben mit ROZ 95 (rot), 96 (grün), 97 (blau), 98 (orange), 99 (violett), 100 (grau) und 102 (braun).

Klopfen – ein unerwünschtes Phänomen

Die unkontrollierte Verbrennung eines Benzin-Luft-Gemischs führt über kurz oder lang zu Schäden am Motor. Um das zu verhindern, erhalten flüssige Kraftstoffe chemische Zusätze, die deren Eigenschaftsprofil verbessern sollen. Die Additive haben unter anderem die Aufgabe, die Klopfneigung des Kraftstoffs zu reduzieren beziehungsweise dessen Klopfestigkeit zu erhöhen. Als ihr quantitatives Maß wird die Oktanzahl (OZ) angegeben, die Werte zwischen 0 und 100 aufweist.

Auf Zapfsäulen wird definitionsgemäß die sogenannte erforschte Oktanzahl (ROZ; R steht für Research) ausgewiesen. Sie gibt an, welcher prozentuale Volumenanteil von schwerer entzündlichem Isooktan (ROZ = 100) in einer Mischung mit leichter entzündlichem n-Heptan (ROZ = 0) enthalten sein muss, um die jeweilige Klopfestigkeit zu erreichen. Motoren mit niedrigem Verdichtungsverhältnis kommen mit einer Oktanzahl von 91 aus, fallen heute aber kaum mehr ins

Gewicht; Motoren mit einer höheren Verdichtung und damit höheren Leistung beziehungsweise einem höheren Wirkungsgrad erfordern ein Superbenzin mit einer ROZ von 95 oder 98, oder aber Premiumkraftstoffe, die durch Additive auch eine ROZ größer 100 erreichen.

Verbesserung der Klopfestigkeit

Aufgrund experimenteller Untersuchungen weiß man, dass kurzkettenige n-Alkane höhere Oktanzahlen aufweisen als längerkettenige. Pentan (C_5H_{12}) etwa hat eine ROZ von 61,8, Hexan (C_6H_{14}) hingegen nur 24,8. Besonders klopfest sind auch molekular weitverzweigte Kohlenwasserstoffe wie Isopentan (ROZ = 92,3) oder aromatische Verbindungen wie Benzol, die allerdings ihrer kanzerogenen Wirkung wegen nur limitiert verwendet werden dürfen.

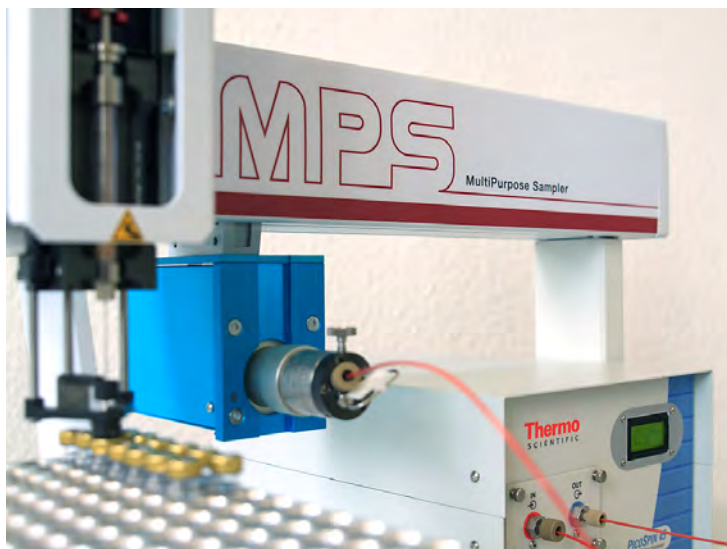
Früher wurde Ottokraftstoff als Antiklopfmittel Bleitetraethyl zugesetzt. Wegen giftiger Emissionen ist verbleites Benzin jedoch vom Markt verschwunden. Um die Klopfestigkeit zu erhöhen, werden die heutigen Ottokraftstoffe mit Methyl-*tert*-butylether (MTBE) oder Ethyl-*tert*-butylether (ETBE) additiviert. Diese Zusätze sind zwar auch nicht unbedenklich, wohl aber als das kleinere Übel zu bewerten.

Bestimmung der Oktanzahl notwendig

Um den hohen technischen Anforderungen zu genügen, werden Ottokraftstoffe einer umfangreichen Qualitätskontrolle unterzogen. Ein wichtiger Fokus liegt auf der Bestimmung der bei ihrer Herstellung zugesetzten Additive, also jener Stoffe, die das Eigenschaftsprofil des Kraftstoffs beeinflussen und die den Motor zudem vor Korrosion schützen sollen. Die Bestimmung der Oktanzahl geschieht heute üblicherweise mithilfe eines oder mehrerer Vergleichskraftstoffe, die im Prüflabor angesetzt werden. Die Messung wiederum erfolgt unter Einsatz eines 4-Takt-CFR-Ottomotors, der über einen Zylinder verfügt, dessen Kompression variabel einstellbar ist. Das Kürzel CFR leitet sich her vom Cooperative Fuel Research Committee, das für das zugrunde liegende Prüfverfahren und die Entwicklung des dazugehörigen Motors verantwortlich zeichnet.

NMR-Analyse als attraktive Alternative

Ungeachtet ihrer Resultate erweisen sich momentane Standardanalyseverfahren zur Bestimmung von MTBE und ETBE in der Praxis als langsam und wenig effizient. Das zu ändern, haben sich Professor Martin Jäger und sein Team der organischen Spurenanalytik im Fachbereich Chemie der Hochschule Niederrhein in Krefeld zum Ziel gesetzt. In Zusammenarbeit mit Partnern aus der Industrie, namentlich den Analysegeräteherstellern GERSTEL und Thermo Fisher Scientific, hat sich der Wissenschaftler gemeinsam mit Robin Legner, Melanie Voigt und Joachim Horst aus seinem Arbeitskreis



MultiPurposeSampler (GERSTEL-MPS) mit einem Niederfeld- $^1\text{H-NMR}$ (Thermo Fisher Scientific) zur automatisierten Vorbereitung und Aufgabe von Kraftstoffproben zur Bestimmung der Research-Oktanzahl (ROZ).



Um die Klopfestigkeit zu erhöhen, werden die heutigen Ottokraftstoffe mit MTBE oder ETBE additiviert. Als quantitatives Maß dient die erforschte Oktanzahl (ROZ). Superbenzine erfordern eine ROZ von 95 oder darüber.

im Rahmen eines Forschungsvorhabens auf die Suche nach einer effizienten Analysenlösung gemacht. Fündig wurden die Experten für instrumentelle Analytik im Einsatz der Niederfeld- ^1H -NMR-Spektroskopie (45 MHz Protonen-Larmor-Frequenz) in Verbindung mit einem online gekoppelten, vollständig automatisierten Probenhandling und einer speziellen Software für die multivariate Auswertung der ermittelten Spektraldaten.

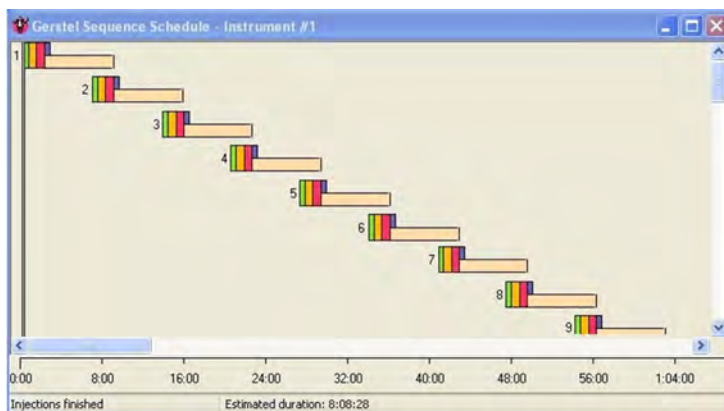
Hohe Effizienz durch Automatisierung

„Aufgrund ihrer molekularen Eigenschaften erweist sich der Einsatz der Kernspinresonanzspektroskopie (NMR) als bestens geeignet zur Strukturaufklärung und zum Nachweis von MTBE und ETBE in der Benzinmatrix“, berichtet Robin Legner und erläutert den Mehrwert: „Der Vorteil von Niederfeld-NMR-Geräten liegt in der Verwendung von Permanentmagneten. Dadurch sind sie billiger als Hochfeldspektrometer, außerdem kleiner, leichter, kompakter und sogar transportabel.“ Diese Eigenschaften prädestinierten sie für Anwendungen, bei denen Empfindlichkeit und Auflösung untergeordnete Rollen spielen, etwa Treibstoff- und Speiseölcharakterisierung oder Prozessanalytik, erklärt der Wissenschaftler.



Arbeiten bei der Automatisierung der NMR-Analytik zusammen: (v. l.) Professor Martin Jäger, Melanie Voigt, Robin Legner und Jan Garbe-Immel, stellvertretender Vertriebsleiter von GERSTEL.

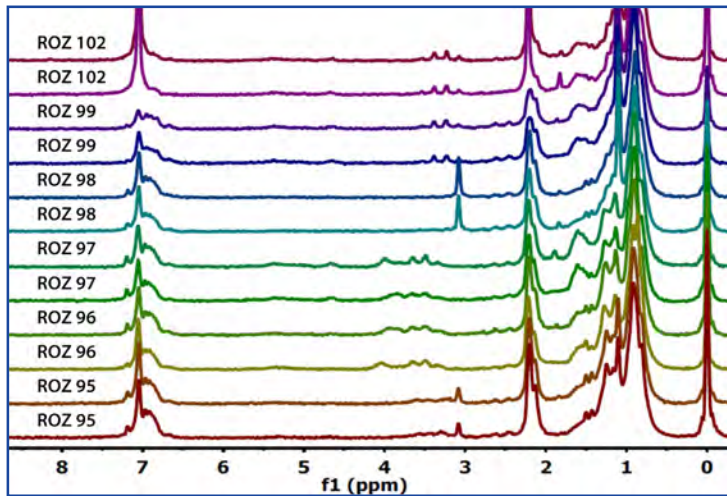
Der Einsatz der Niederfeld- ^1H -NMR-Spektroskopie stand daher für das Forscherteam außer Frage – und damit auch die Zusammenarbeit mit der Firma Thermo Fisher Scientific, dem Hersteller des verwendeten ^1H -NMR-Benchtop-Spektrometers „picoSpin 45“; ausgestattet ist das Gerät mit einer Durchflusszelle, was für einen kontinuierlichen Analysenprozess und damit dessen Automatisierung von grundlegender Bedeutung ist. Professor Jäger und seinen Arbeitskreis beschäftigte überdies die Frage, wie sich ihr Verfahren derart automatisieren lasse, dass sich der angestrebte hohe Probendurchsatz gewährleisten lasse. An dieser Stelle kam GERSTEL als Experte für die automatisierte Probenvorbereitung und Probenaufgabe ins Spiel.



Grafische Darstellung des automatisierten ROZ-Bestimmungs-Workflows im Scheduler der GERSTEL-MAESTRO-Steuersoftware. Nach Zugabe von TMS als Referenzsubstanz (grün) wird die Probe gemischt (gelb) und anschließend injiziert (rot). Während der Messung (hellorange) wird die Spritze gespült (blau).

Nach Vorgabe der Wissenschaftler der Hochschule Niederrhein implementierten die Software-Experten von GERSTEL das ^1H -NMR-Benchtop-Spektrometer picoSpin 45 in den Arbeitsablauf des MultiPurposeSamplers (GERSTEL-MPS).

Der MPS übernimmt in Gänze die Probenvorbereitung – einschließlich des Mischens von Benzinproben und der NMR-Referenzverbindungen (Tetramethylsilan, TMS) – und die Probenaufgabe mittels eines geeigneten Ventils über Standard-LC-Kapillaren. Somit beschickt er die Durchflusszelle des Spektrometers mit Probe, entfernt abschließend die analysierte Probe wieder und spült die Kapillarverbindungen sowie die Durchflusszelle mit dem in der MPS-Spülstation bevorrateten Methanol. Damit ist die Gerätekombination für die Aufnahme der nächsten Probe vorbereitet.



Niedrigfeld-¹H-NMR-Spektren (45 MHz, T = 42 ° C) von reinen Kraftstoffen mit unterschiedlichen ROZ.

MAESTRO-Software steuert Analyse und Spektraldatenerfassung

Den GERSTEL-Experten gelang es in Kooperation mit den Kollegen von Thermo Fisher Scientific, die Softwaresteuerung des Spektrometers in die des MPS (GERSTEL-MAESTRO) zu implementieren. Das Resultat war eine MAESTRO-basierte Plattform, mit der sich das gesamte Analysensystem einfach, intuitiv, komfortabel und sicher steuern lässt – einschließlich der NMR-Spektraldatenerfassung, wie Robin Legner sagt. Die Analyse verlief im PrepAhead-Modus, sprich Probenvorbereitung und Probenaufgabe waren zeitlich verschachtelt. Die ermittelten Spektraldaten wurden von der MAESTRO-Steuersoftware an eine spektrale Auswertesoftware (MestReNova 9.0.1) gesendet und mittels Principal Component Analysis (PCA) und Partial Least

Squares Regression (PLS oder PLS-R) ausgewertet (PCA und PLS wurden mittels Matlab R 2016b [MathWorks, Inc., Natick, USA] erstellt).

Robin Legner und Kollegen untersuchten mit der automatisierten NMR-Analyse 53 Benzinproben unterschiedlicher ROZ-Gehalte. Die Analyse einer Probe war nach etwa sechs Minuten abgeschlossen: „Die Automatisierung des Systems ermöglicht es“, berichten die Experten, „mehr als 240 Proben innerhalb von 24 Stunden zu analysieren und auszuwerten.“ In den von ihrem automatisierten NMR-System aufgezeichneten Spektren zeigten sich bei 7 ppm eindeutige Signale von Benzol, Toluol und Xylol, den typischen Bestandteilen von Benzin. Die Spektren von Superbenzin mit einem ROZ von 95 und 98 wiesen ein starkes MTBE-Signal bei 3,2 ppm auf, Benzinspektren von ROZ 99 und ROZ 102 zeigten ein Quadruplett rund um 3,3 ppm, das von ETBE her stammte. Die Resonanzen von aliphatischen Protonen der CH₃-, CH₂- und CH-Gruppen wurden zwischen 0,6 ppm und 2,3 ppm gefunden. Vor allem bei Benzinen mit niedrigeren ROZ wurden Signale von Ethanol bei 1,2 und 4,2 ppm beobachtet.

Hauptkomponentenanalyse und Partial Least Squares Regression runden das System ab

Wie die Experten berichten, war es zum Teil nicht möglich, verschiedene Benzinproben visuell anhand ihrer Spektren zu klassifizieren, also auf ihre Oktanzahl zu schließen, weshalb eine Hauptkomponentenanalyse (PCA) der gesamten Benzinproben durchgeführt wurde. Robin Legner: „Mittels PCA konnten wir vier ROZ-Bereiche klar unterscheiden. Eine sehr gute Trennung wurde erreicht für ROZ 102 und ROZ 98. In geringem Maße wurden ROZ-99-Benzine ebenso getrennt gefunden. Die Spektren mit niedrigerer ROZ hatten zu ähnliche oder zu wenig diskriminierende Merkmale, d. h. ihr Ethanolgehalt variierte zwischen 0 und 10 Volumenprozent. Deshalb konnten Proben mit ROZ 95, 96 und 97 nicht deutlich voneinander getrennt werden.“ Allerdings ginge die multivariate Partial Least Squares Regression (PLS oder PLS-R) und qualitative Analysen wie die PCA über univariate Kalibrierungsmodelle hinaus und seien deshalb für die quantitative Analyse komplexer Spektren geeignet, betont Professor Jäger. Multikomponentensysteme mit variierenden Konzentrationen verschiedener Komponenten könnten damit untersucht und Oktanzahlen mit hoher Präzision vorhergesagt werden. Für derartige Untersuchungen übertrifft das hier eingesetzte NMR-Verfahren laut den Experten der Hochschule Niederrhein in Kombination mit multivariater Datenanalyse übliche chromatographische Methoden um ein Vielfaches an Analysengeschwindigkeit. Die Kombination von MPS und NMR liefere dem Anwender eine vollautomatisierte und hochdurchsatzfähige Lösung.



Robin Legner: „Die Automatisierung des NMR-Systems ermöglicht es, mehr als 240 Proben in 24 Stunden zu analysieren und auszuwerten.“



GERSTEL (Shanghai) Co. Ltd.

GERSTEL in China mit eigener Firma am Start

Foto: GERSTEL



Den Daumen hoch als Zeichen der Zuversicht und Vorfreude. Mit der Unternehmensgründung in Shanghai (Bild o.: Blick auf die City) hat GERSTEL einen wichtigen Schritt getan, um die Partner und Kunden des Unternehmens in China noch besser zu unterstützen (v. l.: Dr. Klaus-Peter Sandow, Geschäftsführer der GERSTEL (Shanghai) Co. Ltd., Ralf Bremer, Geschäftsführer der GERSTEL GmbH & Co. KG, sowie die geschäftsführenden Gesellschafter Holger Gerstel und Eberhard G. Gerstel).

Seit vielen Jahren ist das Unternehmen auf dem chinesischen Markt aktiv. Mit dem Ziel, seine Partner, Kunden und die Anwender der GERSTEL-Technologie dort noch effizienter zu unterstützen, hat das Unternehmen in Shanghai, Chinas größter Stadt und bedeutendster Wirtschaftsmetropole, eine Firma gegründet. Die feierliche Einweihung der GERSTEL (Shanghai) Co. Ltd. fand im Mai 2019 im Beisein von Gästen aus dem In- und Ausland statt, darunter bedeutende Persönlichkeiten aus Politik, Wirtschaft und Wissenschaft. GERSTEL Aktuell sprach mit Dr. Klaus-Peter Sandow, dem Geschäftsführer der GERSTEL (Shanghai) Co. Ltd., über die Erweiterung der GERSTEL-Firmengruppe und die Hintergründe.

GERSTEL Aktuell: Was hat GERSTEL bewogen, in Shanghai ein Unternehmen zu gründen?

Dr. Klaus-Peter Sandow: GERSTEL ist schon seit mehr als 15 Jahren in China erfolgreich unterwegs, und zwar vertreten durch unsere dortigen Vertragspartner. Um unsere Partner und auch die Anwender von GERSTEL-Technologie in China künftig in allen Applikations- und Softwarefragen noch besser fördern zu können, haben wir die GERSTEL (Shanghai) Co. Ltd. gegründet. Auf diese Weise wird es einfacher, Schulungen und Workshops durchzuführen oder die Vertriebs- und Serviceaktivitäten unserer Partner in der Region zu unterstützen.

GERSTEL Aktuell: Mit welchen Erwartungen gehen Sie an den Start, was sind Ihre Pläne?

Dr. Klaus-Peter Sandow: Wir arbeiten daran, unsere Präsenz auf dem chinesischen Markt zu vergrößern und unsere allgemeine Sichtbarkeit zu verbessern. Indem wir mit einer eigenen Unternehmung im Land vertreten sind, haben wir den Labormarkt vor Ort besser im Blick. Wir sind in der Lage, schneller und effizienter auf Veränderungen zu reagieren und erforderliche richtungsweisende Maßnahmen einzuleiten. China ist ein wachsender und herausfordernder Markt, auf dem viel passiert, jetzt und in Zukunft. Wir können unsere Expertise effektiv einbringen und bei der Definition und Festlegung von Standards und Normen

unsere Unterstützung anbieten. Eine detaillierte Markt- und Bedarfsanalyse wird eines der ersten Teilziele sein, die GERSTEL (Shanghai) Co. Ltd. ansteuert.

GERSTEL Aktuell: Können Sie uns etwas mehr über die GERSTEL (Shanghai) Co. Ltd. sagen?

Dr. Klaus-Peter Sandow: Die GERSTEL (Shanghai) Co. Ltd. ist wie die GERSTEL LLP in Singapur eine Schwestergesellschaft der GERSTEL GmbH & Co. KG; der Stammsitz der Unternehmensgruppe befindet sich in Mülheim an der Ruhr. Die zentralen Führungsrollen üben die Unternehmensinhaber Eberhard G. Gerstel (Executive Director) und Holger Gerstel (Supervisor) aus. Für das operative Geschäft vor Ort zeichne ich als General Manager der GERSTEL (Shanghai) Co. Ltd. verantwortlich.

GERSTEL Aktuell: Die GERSTEL Shanghai Co. Ltd. ist aus der Taufe gehoben. Was waren Ihre ersten Schritte?

Dr. Klaus-Peter Sandow: Wichtig war und ist es für uns, erst einmal sicher Fuß zu fassen und eine solide Basis aufzubauen, auf der wir das Unternehmen auf dem chinesischen Markt erfolgreich etablieren und zielgerichtet entwickeln können. Damit verbunden war die Aufgabe, zentrale Stellen im Unternehmen mit erfahrenen und kompetenten Mitarbeiterinnen und Mitarbeitern zu besetzen, um dann



Dr. Klaus-Peter Sandow, General Manager der GERSTEL (Shanghai) Co. Ltd., heißt die Gäste auf der Einweihungsfeier willkommen.

den weiteren personellen und technischen Ausbau strategisch klug zu planen und ein erfolgreiches organisches Wachstum zu ermöglichen.

GERSTEL Aktuell: Was heißt das im Detail?

Dr. Klaus-Peter Sandow: Zum Beispiel war es uns wichtig, das Backoffice und die Administration in guten Händen zu wissen. Hierfür haben wir Frau Cora Zhang für uns gewinnen können, ein wahres Organisationstalent. Vor ihrem Wechsel war Frau Zhang für einen der weltweit führenden US-Hersteller von Automatisations- und Informationslösungen tätig. Jetzt fördert und unterstützt Cora Zhang die Entwicklung der GERSTEL (Shanghai) Co. Ltd. auf dem chinesischen Markt. Als Vertriebsleiter konnten wir Herrn David Qiu verpflichten, der GERSTEL über seine Tätigkeit bei unserem ehemaligen langjährigen chinesischen Handelspartner Tegment Scientific Ltd. sehr gut kennt und uns nahesteht. Wir haben mit Herrn David Qiu einen versierten Analytik-Fachmann und exzellenten Kenner des chinesischen Labormarktes in unseren Reihen. Inzwischen haben wir auch die Leitung der Bereiche Service und Applikation in die Hände eines Experten in Sachen Land, Anwendung und Technologie geben können. Kurz gesagt: Personell und technologisch sind wir sehr gut aufgestellt und obendrein bestens vernetzt. Wir blicken zuversichtlich nach vorn.

GERSTEL Aktuell: Verfügt die GERSTEL (Shanghai) Co. Ltd. über ein eigenes Applikationslabor?

Dr. Klaus-Peter Sandow: Unser vorrangiges Ziel ist es, unsere Kunden und Partner in zentralen technologischen und applikativen Fragen rund um die GC/MS zu unterstützen. Entsprechend haben wir auch unsere Laborkapazität ausgestattet. Wir verfügen über die Technologie, die auch anderenorts das beschriebene applikative Zielfeld fokussiert, etwa eine Gerätekombination bestehend aus einem Agilent GC/MS-System in Verbindung mit dem GERSTEL-MultiPurposeSampler (robotic^{pro}) zur automatisierten Probenvorbereitung und Probenaufgabe. Dazu kommt das GERSTEL-KaltAufgabeSystem (KAS 4), die verschiedenen Module für die lösungsmittelfreie Thermodesorption, insbesondere die ThermalDesorptionUnit

(GERSTEL-TDU 2) sowie die Dynamische HeadSpace-Technik (GERSTEL-DHS). Apropos: Die Thermodesorptionssparte ist derzeit unser stärkster Bereich im internationalen Geschäft, auch in China. Die Nachfrage nach unseren Lösungen, etwa für die Bestimmung von Materialemissionen, ist hierzulande sehr groß. Wir werden absehbar verstärkt auch unseren TD 3.5⁺ und die GERSTEL-DHS-Large-Option promoten und unterstützen. Wir wären sehr froh, wenn es uns gelingen würde, wertvolle Impulse, etwa in Richtung Normvorgaben, zu geben. Wir haben viele Ideen.

GERSTEL Aktuell: Wer zählt zu den wichtigen Kunden von GERSTEL in China?

Dr. Klaus-Peter Sandow: China ist ein wirtschaftlich hochinteressanter und herausfordernder Markt, der viel Entwicklungspotenzial birgt. Sämtliche global agierenden Unternehmen sind hier vertreten, viele davon zählen auch andernorts zu unseren Kunden. Zu den Schlüsselkunden gehören unzweifelhaft die Unternehmen der Lebens- und Bedarfsmittelindustrie sowie auch international tätige Auftragslaboratorien, Prüfinstitute, Automobilunternehmen und Chemiekonzerne. Wer in anderen Teilen der Welt auf die Unterstützung von GERSTEL zählt, kann das gestrost auch hier in China.

GERSTEL Aktuell: Abgesehen von den sogenannten Global Playern. Wie sieht es denn mit kleineren, lokal agierenden Unternehmen aus?

Dr. Klaus-Peter Sandow: Wir unterscheiden im Grunde nicht zwischen großen und kleinen Unternehmen. Unser Anspruch ist es, allen unseren Kunden stets die für sie geeignete Lösung anzubieten. Wir haben schon vielversprechende Erfolge erzielt. Auf einschlägigen Fachmessen in China stellen wir immer wieder fest: GERSTEL ist bekannt für erstklassige Analystechnik und höchste Qualität. Dazu trägt ohne Frage unser Engagement in der Zusammenarbeit mit Forschungseinrichtungen und den Universitäten im Land bei, mit denen wir sehr gute Beziehungen pflegen und interessante Projekte durchgeführt haben. Das spricht sich herum – auch bei den lokalen Größen.

GERSTEL Aktuell: Welche Erwartungen hat die GERSTEL-Gruppe an das Unternehmen in Shanghai?

Dr. Klaus-Peter Sandow: Wir arbeiten daran, unsere Sichtbarkeit in China deutlich und nachhaltig zu verbessern. Unser Ziel ist es, vor allem die vielen engagierten Anwender in den Laboratorien im Land von der Leistungsfähigkeit der GERSTEL-Technologie zu überzeugen. Unsere Geräte und Systeme, etwa für die Thermodesorption und die automatisierte Probenvorbereitung und Probenaufgabe, sind etablierte und potente Lösungen für viele zentrale Aufgabenstellungen. Das weiß man auch in China.

GERSTEL Aktuell: Wie schätzen Sie die Chance des Unternehmens auf dem chinesischen Markt ein?

Dr. Klaus-Peter Sandow: Wir kennen den Markt hier nun schon seit vielen Jahren. Wir wissen, dass der Bedarf an nachhaltigen, leistungsfähigen Analysenlösungen groß ist.

GERSTEL-Technologie ist in China wohl bekannt. Und wir arbeiten gemeinsam mit unseren drei Partnerfirmen vor Ort daran, dass sich unser Bekanntheitsgrad weiter steigert. Die Techship Ltd. vertritt GERSTEL im Norden Chinas, die Shanghai Shanpu Technologies Ltd. ist im Raum Shanghai und den angrenzenden Provinzen für das Unternehmen aktiv, die Evertech Ltd. im südlichen China. An dieser Aufteilung halten wir fest.

GERSTEL Aktuell: Welche Strategie verfolgen Sie?

Den Vertrieb unserer Geräte und Systeme weiterhin von unseren einheimischen Partnerunternehmen durchführen zu lassen. Wir bieten unseren Partnern in diesem Zusammenhang genau die Unterstützung, die erforderlich ist, um ihnen den Aufbau erfolgreicher Geschäftsbeziehungen zu ermöglichen. Im Moment denken wir allerdings darüber nach, eventuell den Vertrieb von Verbrauchsmaterialien, sprich unser Supply-Geschäft, direkt über GERSTEL (Shanghai) laufen zu lassen, was kürzere Lieferzeiten bedeuten würde, und was wiederum einen Mehrwert für die Anwender unserer Technologie im Land bedeuten würde. In jedem Fall wollen wir das Geschäft in China – wie im Übrigen an allen anderen GERSTEL-Standorten auch – auf ein solides Fundament stellen. Besonderes Augenmerk richten wir dabei auf die Märkte Flavor & Fragrance, Lebensmittelsicherheit, Material Emission und Umwelttechnik. Diesen Anwendungsbereichen haben wir nicht nur aus technologischer Sicht Interessantes zu bieten, zudem verfügen wir auch über die erforderliche applikative Erfahrung, um Anwender auf Augenhöhe zu unterstützen. Beleg dafür ist eine sehr große, weltweit installierte Basis.

GERSTEL Aktuell: Welche Reaktion zeigten die zu Ihrer Einweihungsfeier geladenen Gäste?

Dr. Klaus-Peter Sandow: Die Reaktionen waren durchweg positiv. Das deutsche Generalkonsulat in Shanghai etwa hatte eine Delegation entsandt, um uns zu begrüßen. Der Abgesandte Thomas Erz sagte, es befänden sich rund 5.000 deutsche Firmen im Land und wir uns in bester Gesellschaft. Er sei überzeugt davon, die Chancen, in China ein Geschäft erfolgreich zu entwickeln, seien sehr gut und vielversprechend. Die Erneuerung der „Seidenstraße“ etwa schaffe immense Entwicklungs- und Gestaltungsspielräume. Professor Wenlai Fan, Wissenschaftler an Chinas bedeutender Jiangnan Universität und begeisterter GERSTEL-Anwender, betonte die Güte der GERSTEL-Technologie. Er sprach davon, dass zum Beispiel mehr als 90 Prozent aller chinesischen Weißweinproduzenten mit unseren Geräten und Systemen arbeiteten und er nicht müde würde, uns zu empfehlen. Nicht zuletzt lobte Jerry He von Agilent Technologies China in seiner Rede die weltweite gute Zusammenarbeit unserer beider Unternehmen. Es waren alles in allem sehr positive Signale, die von der Einweihungsfeier ausgingen, die uns mit Stolz erfüllen, freuen, motivieren und für die kommende intensive Arbeit zuversichtlich in die Zukunft blicken lassen.

GERSTEL Aktuell: Sehr geehrter Herr Dr. Sandow, vielen Dank für das Gespräch.

Das Interview führte Guido Deufßing.

Das lesen Sie in der nächsten Ausgabe*

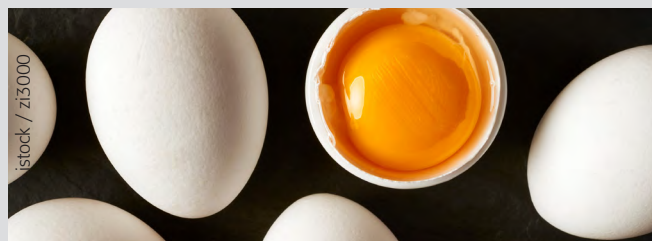


Was Papier vergilben lässt

Papier altert, deutlich sichtbar an seiner Gelbverfärbung. Ein durchaus tolerierter Zustand, handelt es sich um antiquarische Werke. Neuware allerdings, die gelbstichig ist, wird zum Ladenhüter. Das Wissen um den Alterungsprozess von Papier erweist sich als hilfreich bei dessen Herstellung, Konservierung und Restaurierung. Mehr Effizienz bei der Bestimmung dieser Substanzen bietet ein GC-basiertes Analyseverfahren.

20 Jahre GERSTEL-Twister

Auf der „analytica 2000“ präsentierte GERSTEL der Laborfachwelt erstmals den GERSTEL-Twister, das patentierte Extraktionsmedium für die „Stir Bar Sorptive Extraction“ (SBSE). Aufgrund ihrer hohen Empfindlichkeit bei der Bestimmung organischer Verbindungen in vor allem wässrigen Matrices sowie der einfachen Handhabung des GERSTEL-Twisters, hat sich die SBSE in nahezu allen Applikationsbereichen, z.B. für den Nachweis von Migration (E&L) aus Verpackungen, als attraktive Alternative zu konventionellen Extraktionstechniken etabliert.



Antibiotika im Ei

Für den Nachweis von Antibiotikawirkstoffen in der Matrix Ei ist die LC-MS/MS prädestiniert, und zwar nach einer vorangegangenen, umfangreichen Probenvorbereitung. Die ist im Grunde genommen einfach, allerdings auch arbeits- und zeitintensiv. US-amerikanische Applikationsexperten von GERSTEL, Inc., haben sich eine gängige manuelle Methode zur Brust genommen und kurzerhand vollständig automatisiert.



Baumsterben auf der Spur

Wenn Pflanzen Krankheitssymptome zeigen, können sie von epidemischen Erregern befallen sein. Um eine Ausbreitung durch infizierte, asymptomatische Pflanzen zu verhindern, braucht es geeignete Frühwarnsysteme. Ein neues GC/MS-basiertes Diagnoseverfahren könnte ein vielversprechender Ansatz sein.

** Änderungen vorbehalten.*

Herausgeber

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

Redaktion

Redaktionsbüro GDeußing
Guido Deußing (GD)
www.presstextkom.de
guido.deussing@presstextkom.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 · 10/2019



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



Im Internet

GERSTEL online: Hinweise zu Produkten, Terminen, Veranstaltungen und Applikationen sowie weitreichende Informationen über das Unternehmen und seine kundenorientierten Lösungen finden Sie im Internet unter www.gerstel.de. Dort finden Sie unter anderem auch die vorliegende GERSTEL Aktuell 56 sowie die PDF-Dateien vieler weiterer Schriften des Unternehmens zum Herunterladen.



Sollten Sie Fragen zu einem der Beiträge in dieser 56. Ausgabe der GERSTEL Aktuell haben oder ergänzende Informationen wünschen, freuen wir uns auf Ihre E-Mail an aktuell@gerstel.de. Umfangreiches Informationsmaterial über die Produkte und Systemlösungen des Unternehmens finden Sie wie gewohnt im Internet unter www.gerstel.de.

www.gerstel.de

GERSTEL

GLOBAL ANALYTICAL SOLUTIONS

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

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

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

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

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

GERSTEL 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