

Einleitung

Die erlaubten Konzentrationen an Tierarzneimittelrückständen in Lebensmitteln tierischen Ursprungs werden durch die EU vorgegeben [1]. Für gewöhnlich erfolgt das Screening von Lebensmittelproben mittels UHPLC/MS/MS nach einer vorangegangenen Extraktion bei Flussraten von mindestens 500 µL/min.

Auch in diesem Segment ist es das Ziel, Prozesskosten zu minimieren und Zeit zu sparen. Daher hat AB SCIEX eine Umstellung der bisherigen HPLC-Methode auf eine microLC-Methode untersucht, bei der eine YMC Triart C18 Kapillarsäule (50 x 0,5 mm) eingesetzt wurde [2].

Ergebnisse

Die Ergebnisse zeigen eine Zunahme der Selektivität um Faktoren größer 8 beim Wechsel vom hohen Fluss zum Mikrofluss. Abbildung 1 zeigt die Trennung von drei Tierarzneimitteln, welche jeweils mit einer UHPLC- und mit einer verkürzten microLC-Methode durchgeführt wurden. Die Chromatogramme zeigen eindeutig eine Zunahme der Sensitivität bei Verwendung der microLC. Diese Sensitivität bleibt erhalten, wenn die Analysenzeit von 10 min auf 3,5 min verkürzt wird, um die Analyse zu beschleunigen (verkürzter Gradient: siehe Tabelle 2, Seite 3).

YMC-Triart C18
Kapillarsäule

**Micro LC-Analyse von Tierarznei-
mittelrückständen in Lebensmitteln**

Autor: MO/DE
Date: 02.01.2014

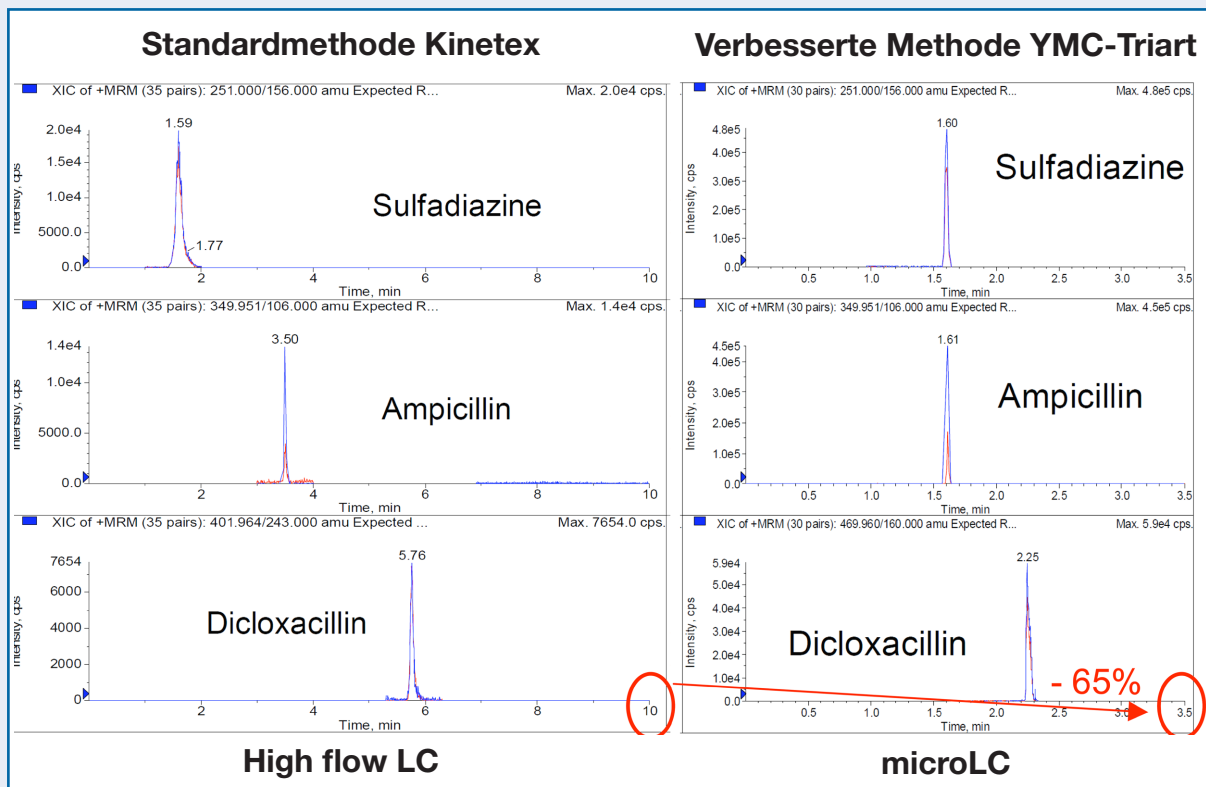


Abbildung 1: Analysenvergleich von 3 verschiedenen 1 ppb-Standardlösungen mittels UHPLC mit einer Kinetex C18-Säule und mittels microLC (mit verkürzter Methode) unter Verwendung von YMC-Triart C18.

Tabelle 1: Hochfluss- und Mikroflussbedingungen

	UHPLC	microLC
Säule	Phenomenex Kinetex XB-C18 (2,6 µm, 10 nm, 50 x 2,1 mm)	YMC-Triart C18 (3 µm, 12 nm, 50 x 0,5 mm)
HPLC	Shimadzu XR	Eksigent ekspert microLC 200
Eluent	A) Wasser (+ 0,1 % FAC) B) Acetonitril (+ 0,1 % FAC)	
Flussrate	600 µl/min	30 µl/min
Temperatur	60°C	
Detektion	AB SCIEX 5500 QTRAP, ESI	
Injektion	2 µL	

Mit der microLC-Methode konnten insgesamt 32 MRM- (multiple reaction monitoring) Übergänge für 15 veterinäre Arzneimittelrückstände über eine Laufzeit von 3,5 min evaluiert werden. (Die Methode soll um weitere Rückstände ergänzt werden.) Dazu wurden eine Milch- und eine Fleischprobe mit jeweils 10 ppb verschiedener Standardsubstanzen versetzt. Die einfache Probenvorbereitung umfasst einen Extraktionsschritt und eine Zentrifugation.

YMC-Triart C18
Kapillarsäule

**Micro LC-Analyse von Tierarznei-
mittelrückständen in Lebensmitteln**

Autor: MO/DE
Date: 02.01.2014

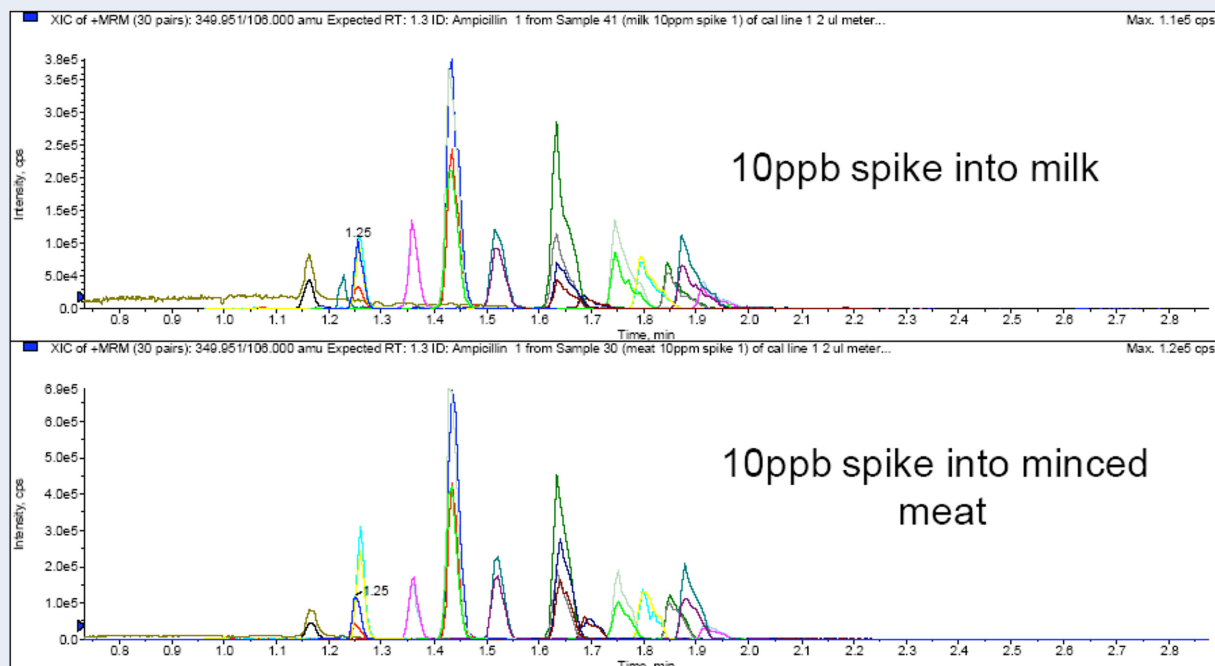


Abbildung 2: Vergleich einer Milch- und einer Fleischprobe, die jeweils mit 10 ppb an Standardsubstanzen versetzt wurden. Die Wiederfindung ist in der Fleischprobe generell höher. Dies verdeutlicht die Beeinflussung der Wiederfindungsrate durch die Matrix.

Tabelle 2: Verkürzter Micro LC-MS/MS Gradient für YMC-Triart C18

min	A	B
0 - 0.5	98	2
1.7	35	65
1.8 - 2.3	0	100
2.4 - 3.5	98	2

Linearität und Sensitivität dieser Methode wird in Abbildung 3 für Ampicillin gezeigt. Die Linearität wird ohne Verwendung eines internen Standards erreicht. Das eingefügte Chromatogramm für eine mit 0,5 ppb versetzte Probe zeigt die extrem hohe Sensitivität.

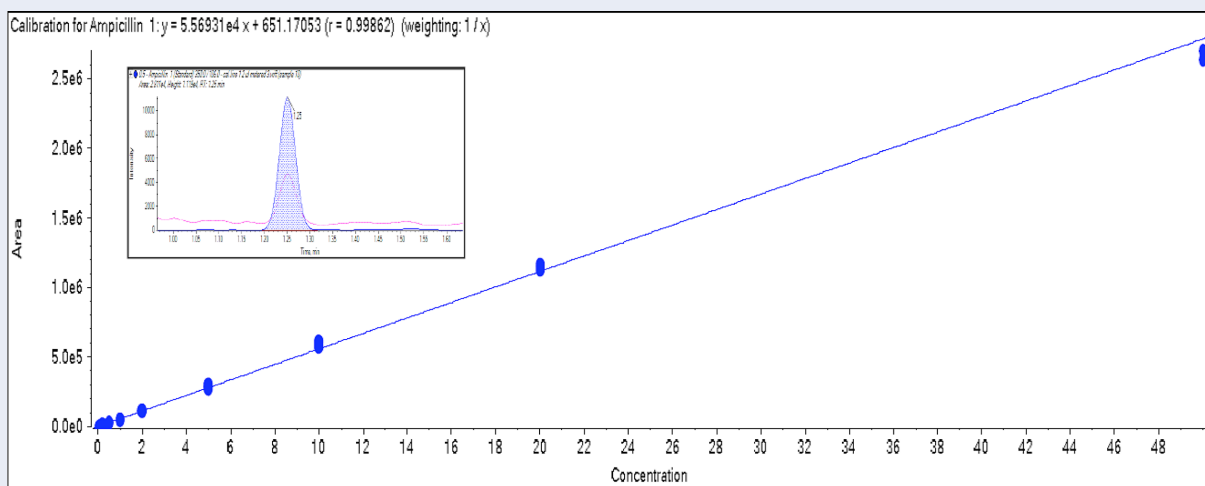


Abbildung 3: Kalibrationsgerade für Ampicillin von 0,05 – 50 ppb und Chromatogramm eines 0,5 ppb Standards. Die Linearität wird erreicht ohne Verwendung eines internen Standards.

Zusammenfassung

Diese Studie zur Rückstandsanalytik von Tierarzneimitteln demonstriert das Potential von YMC-Triart C18 Kapillarsäulen, sowohl die Analysenzeiten als auch die Solventkosten zu reduzieren.

Die entwickelte Methode schafft es ohne Probleme die Anforderungen der aktuellen EU-Gesetzgebung zu erfüllen, mit einer Zunahme der Signalhöhe um mehr als das 8-fache für einige Substanzen. Außerdem ermöglicht die Verkürzung der Analysenzeit ein großes Sparpotential für die Lösungsmittel von bis zu 90%.

Die Verwendung eines microLC/MS/MS-Systems hat den zusätzlichen Vorteil des Screenings verschiedenster Arzneimittelrückstände mit nur einer Methode.

Produktinformation



YMC-Triart C18
Kapillarsäule

Micro LC-Analyse von Tierarznei- mittelrückständen in Lebensmitteln

Autor: MO/DE
Date: 02.01.2014

References

[1] Commission Regulation (EU) No 37/2010 of 22 December 2010 on pharmacologically active substances and their classification regarding maximum residue limits in foodstuffs of animal origin, 2010.

[2] Lock S, The use of Microflow UHPLC in veterinary drug residue analysis, Poster presented at the 127th AOAC International 2013 Annual Meeting & Exposition in Chicago, August 25 – August 28, 2013.

Trademark

Kinetex is a trademark of Phenomenex
eksperť is a trademark of Eksigent

YMC schätzt die Arbeit von Stephen Lock, AB SCIEX, Warrington (UK) zur Erstellung dieser Applikation.