



Verbraucherschutz

Eine anspruchsvolle Aufgabe für die Analytik

Problem aus Sicht des Verbraucherschutzes

- Zusammenhang zwischen Hormonen und Brustkrebs
- Seit 1988 Anwendungsverbot natürlicher Hormone in der Tiemast
- Wegen fehlender Analysenmethoden kann die Lebensmittelüberwachung die Einhaltung des Verbotes nicht kontrollieren

Problem für die Analytik

- Unterscheidung der endogenen Hormone von den **strukturidentischen** „exogenen“ Hormonen

Lösungsansatz

Bestimmung der ^{13}C -Gehalte in den Steroidmolekülen

Herausforderung an die Analytik: Anwendung der GC-C-IRMS

Analysen mit hohen Probenmengen erforderlich

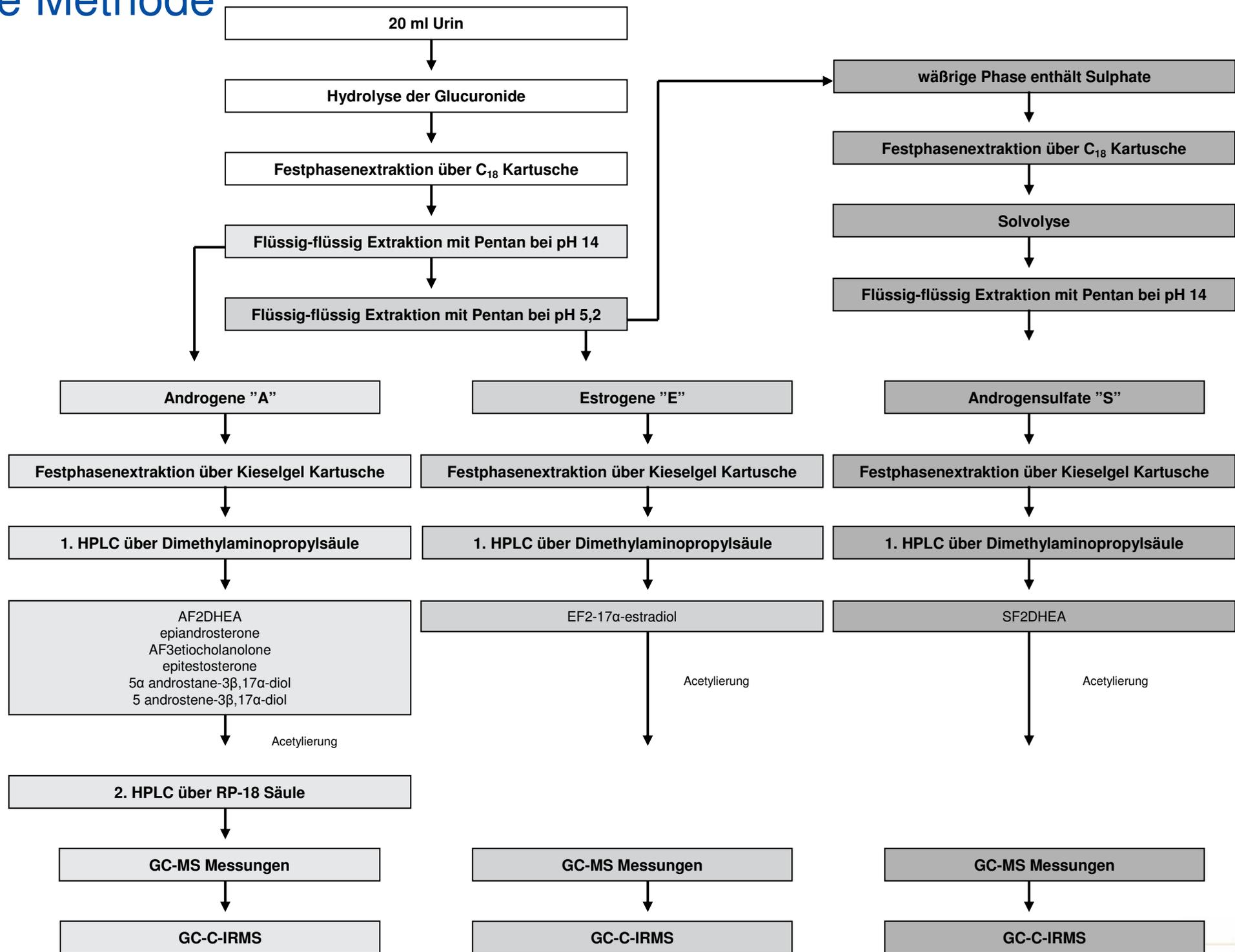
- Steroide im Rind: unterer $\mu\text{g}/\text{kg}$ Bereich
- ca. 1,1% ^{13}C \Rightarrow Faktor 100
- 10 ng Substanz sind notwendig für ein ausreichendes Signal

GC-C-IRMS erfordert „ultrareine“ Extrakte

- Organische Substanz wird komplett zu CO_2 verbrannt \Rightarrow Verlust der Spezifität der massenspektrometrischen Messungen.
- basisliniengetrennte und störungsfreie Elution einer Verbindung

Probenaufarbeitung muss hochreine und stark aufkonzentrierte Messlösungen liefern

Die Methode



Die Validierung

Die Präzision der Ergebnisse

Präzision der $\delta^{13}\text{C}$ Werte (n = 10)

	epi-Testosteron		17 β Estradiol	
	$\delta^{13}\text{C}$ Wert	Standard-abw.	$\delta^{13}\text{C}$ Wert	Standard-abw.
Urinprobe 1	- 21,94	0,21	- 24.08	1,86
Urinprobe 2	- 21,88	0,80	- 31,45	0,33
Urinprobe 3	- 28,81	0,31	- 31,38	0,14
Urinprobe 4	- 27,82	0,32		
Urinprobe 5	- 23,87	0,63		

Analytik der Marinen Biotoxine

Problem aus Sicht des Verbraucherschutzes

LD₅₀ [mg/kg KG]

3.2×10^{-7}

bakterielle Toxine
Botulinus

2.5×10^{-4}

marine Biotoxine
Ciguatoxin (P-CTX-1)

2.4×10^{-3}

marine Biotoxine
PSP-Toxine (STX)

0.2

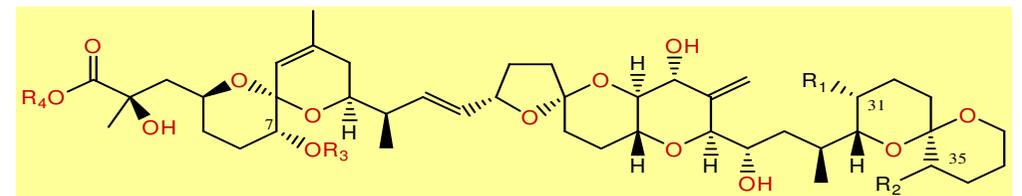
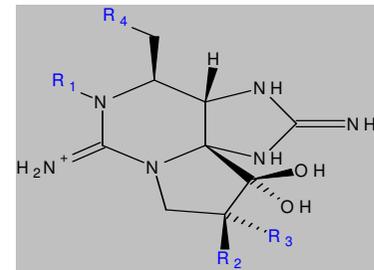
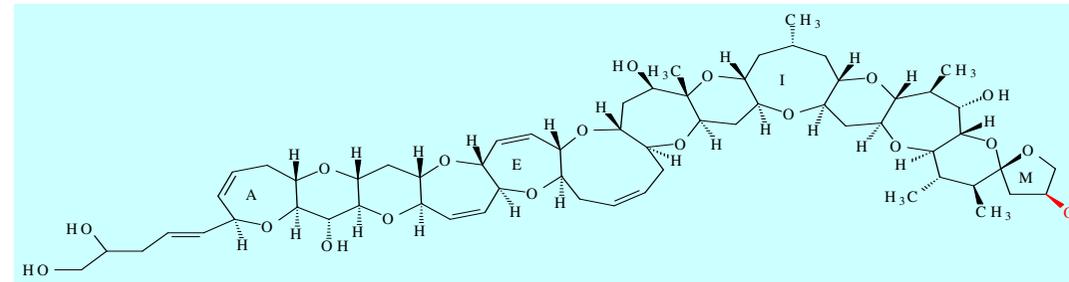
marine Biotoxine
DSP-Toxine (OA)

1.2

Mykotoxine
T-2

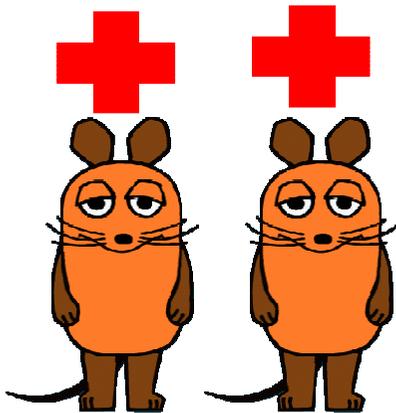
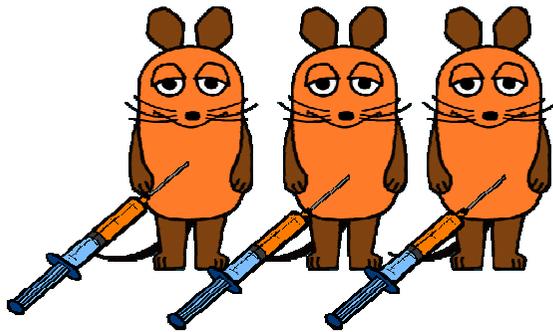
1.4

Arsen

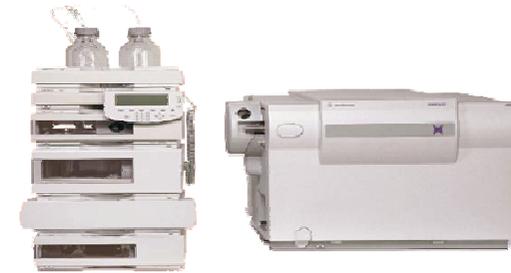


Der Mausbioassay als Referenzmethode

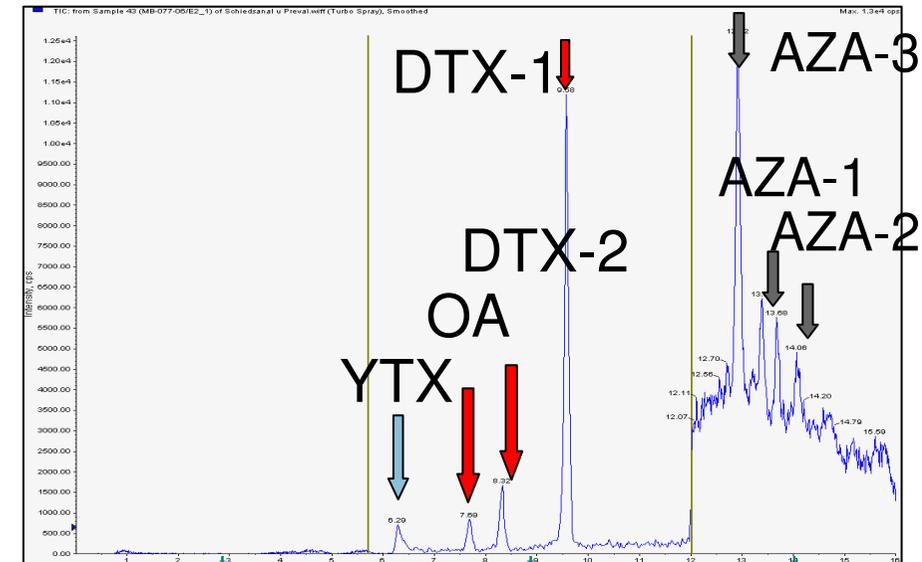
Maus-Bioassay



LC-MS/MS

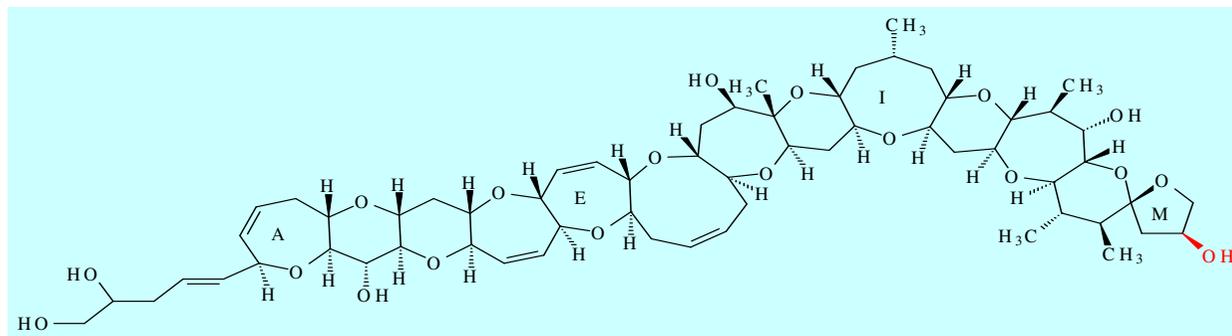


Nano LC and Agilent MSD Ion Trap XCT



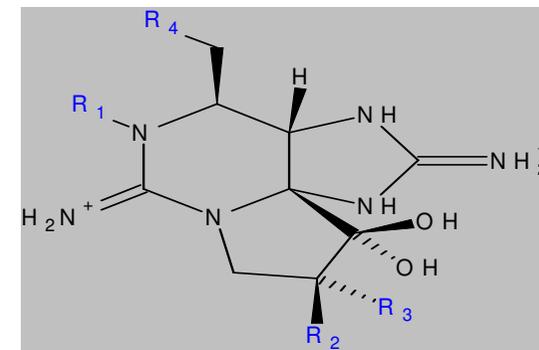
Herausforderung an die Analytik: Vielfalt der Analyten und Mangel an Referenzmaterialien

Ciguatoxine



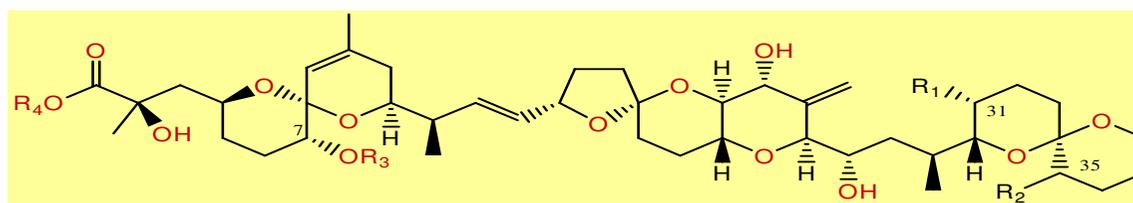
12 Toxine bekannt

PSP-Toxine



18 Toxine bekannt

Lipophile Toxine



OA-Gruppe: 3 Toxine, alle drei treten zusätzlich verestert auf.
YTX-Gruppe: 4 Toxine geregelt, über 30 Verbindungen bekannt.
PTX-Gruppe: 2 Toxine geregelt, mind. 7 Verbindungen bekannt.
AZA-Gruppe: 3 Toxine geregelt, mind. 5 Verbindungen bekannt.



Aufgaben als Nationale Referenzlaboratorien für

- Marine Biotoxine
- Mykotoxine in Lebensmitteln **und in Futtermitteln**
- Dioxine in Lebensmitteln **und in Futtermitteln**
- Zusatzstoffe **in der Tierernährung**



**DANKE FÜR IHRE
AUFMERKSAMKEIT**

Angelika Preiß-Weigert