

## Limbach Analytics bietet umfassende Kompetenz in der Lebensmitteluntersuchung

Seit den 80er Jahren besteht das Labor am Standort Mannheim-Friedrichsfeld in Mitten der Metropolregion Rhein-Neckar. Limbach Analytics betreibt dort Analytik mit modernster Ausstattung, hoher Qualität und Zuverlässigkeit. Die Laborleistungen umfassen mikrobiologische, chemische und physikalische Analysen von Wasser, Lebensmitteln und Hygiene.

Im Besonderen sind die Standorte Mannheim und Leipzig auf Rückstands- und Kontaminanten-Analytik spezialisiert. Unsere Expertise zeigt sich u.a. durch die QS Anerkennung für das Rückstandsmonitoring für Obst, Gemüse und Kartoffeln sowie in der Zulassung für das Fruitmonitoring (HDE). Durch zugelassene Gegenprobensachverständige (nach §3 Abs. 6 GPV) vor Ort können wir Ihnen auch im Beanstandungsfall einen kompetenten Service bieten.

Untersuchungen auf spezielle anorganische und organische Rückstände in diversen Feststoffen und Produkten deckt unser Leistungsspektrum ebenfalls ab.

Im Bereich Wasser liegt der Schwerpunkt auf der Untersuchung von Trinkwasser nach TrinkwV, Badewasser, Grundwasser und Kühlwasser gemäß 42. BImSchV. Ergänzt wird das Leistungsspektrum durch die Analyse der klassischen Abwasserparameter und schwer abbaubarer Mikroverunreinigungen und Spurenstoffe. Für Gewerbe und Industrie werden Eingangsprüfungen und kundenspezifische Ausgangskontrollen durchgeführt.

Im medizinischen Bereich bieten wir umfassende hygienisch-mikrobiologische Untersuchungen an.

Limbach Analytics  
Edwin-Reis-Straße 6-10  
68229 Mannheim  
Tel +49 621 496019 - 0  
info@analytics-mannheim.de



# FOOD-Lab Interview mit ...

## Gerhard Kilian, Prüfleiter Chromatografie, Limbach Analytics GmbH, Mannheim

**Vielen Dank für den freundlichen Empfang in Mannheim. Herr Kilian, FOOD-Lab hat mit dem „Erfinder“ der QuEChERS-Methode, Dr. M. Anastassiades im letzten Jahr ein Interview geführt. Diese Methode mit all ihren Varianten gilt heute als Standard für die Probenvorbereitung zur Untersuchung auf Rückstände wie Pestizide in Lebensmitteln. Wie sehen Sie die Situation insgesamt?**

Wenn wir über Lebensmittel sprechen, kommen wir an der Untersuchung auf vielfältige mögliche Rückstände nicht vorbei. Dazu gehören sicherlich Pestizide, oder Toxine wie das Aflatoxin oder auch andere Rückstände: Stichwort „Acrylamid“. Das ist kein Pestizid, aber ein Stoff, der bei der Verarbeitung von Lebensmitteln entsteht. Auch polyzyklische aromatische Kohlenwasserstoffe PAK spielen eine Rol-

le, in jüngerer Zeit vermehrt auch Chlorat, also Nebenprodukte der Wasserchlorierung, zum Beispiel in Salaten. Quaternäre Ammoniumverbindungen QAV als Bestandteil von Reinigungsmitteln werden immer wieder im Zuge der allgemeinen QueChERS-Methode gefunden. Diese berühmte Multimethode steht im Fokus unserer Untersuchungen.

**Wie ordnen Sie die Methode im Gesamtfeld der Untersuchung von Lebensmitteln auf Rückstände ein?**

Es ist DIE Methode schlechthin. Wir sehen den Trend, dass diese Methode immer mehr Varianten entwickelt weil einzelne Analyten sich nicht mehr subsummieren lassen. Es geht um Metaboliten und Summenparameter, die neu definiert werden unter Hinzufügung von noch polarerer Metaboliten. Da kommt es

# PROFIS IN DER PESTIZID-ANALYSE

## TARGET & NON-TARGET

**LECO**  
EMPOWERING RESULTS



Die Bestimmung von Pestizidrückständen ist ein fester Bestandteil der Lebensmittelkontrolle in der EU, um im Rahmen des Verbraucherschutzes die gesundheitliche Unbedenklichkeit von Lebensmitteln zu gewährleisten. Aufgrund der Vielfalt der zu analysierenden Lebensmittel, des sich stetig vergrößernden Wirkungsspektrums und Matrixproblemen stellen Pestizidanalysen oft eine große Herausforderung dar.

Der LECO PEGASUS® BT 4D ist hier das Mittel der Wahl mit marktführender GCxGC Technologie in Kombination mit schneller TOF-MS Datenakquisition. Diese Gerätekonfiguration ermöglicht eine verbesserte chromatographische Trennung, niedrigere Nachweisgrenzen und qualitativ hochwertige Massenspektren. Eine signifikant höhere Analytidentifizierung und unbeeinträchtigte Quantifizierung sind das Ergebnis. Die einzigartige StayClean®-Ionenquelle ist für Robustheit konzipiert und ermöglicht eine ausgezeichnete Wiederholbarkeit, selbst bei schwierigen Matrixproben.

**LET'S TALK ABOUT TOF!**



**Erfahren Sie mehr über LECO  
und buchen Sie Ihr Ticket  
zu unserer Virtuellen Messe:**

**WWW.LECO.SHOW**



z.B. zu einem positiven Befund einer Muttersubstanz und dafür ist ein eigener Analytengang zur Ausdifferenzierung erforderlich, d.h. der Aufwand steigt. Verschiedene Parameter können nicht mit einer befriedigenden Ausbeute durch QuEChers extrahiert werden.

### Welche Strategien wenden Sie zur Abreicherung von Matrixbestandteilen an?

Es gibt zwei grundlegende Strategien, einmal der Versuch, über die Probenvorbehandlung diese Bestandteile zu verringern oder über die instrumentelle Analytik mit höherer Selektivität und Empfindlichkeit „Dilute and shoot“ heranzugehen. Wir neigen hier zu letzterem, um noch vor dem Massenspektrometer eine bessere Trennung zu erreichen.

### Was finden Sie in den Lebensmitteln, die Sie im Auftrag der Industrie untersuchen?

Das sind in der Regel die zugelassenen Substanzen.

### Bewegen Sie sich im Bereich der Target- oder auch im Bereich der Non-Target-Analytik?

In der Rückstandsanalytik arbeiten wir nur mit der Target-Analytik, was anspruchsvoll genug ist bei etwa 600 erfassten Substanzen. Wir richten uns hier nach den gesetzlichen Vorgaben.

### Es sind wohl mehr als 1300 Substanzen weltweit im Einsatz, nicht alle sind wohl

### zugelassen und nicht alle werden auch analytisch erfasst. Einige bleiben wohl unterhalb des Radars?

Das trifft zu.

### Sind das vor allem die neueren, polaren Substanzen?

Die Metaboliten werden peu á peu hinzugenommen. Wir verfolgen aber die Regularien und sind dann gezwungen, unsere Analytik bei Bedarf zu erweitern. Dabei werden keine Analyten „rausgeworfen“, auch ältere Substanzen, die vielleicht nicht mehr hergestellt werden, jedoch noch in der amtlichen Liste vorhanden sind, werden mit erfasst.

### Wenn Sie das clean-up durchführen, woher wissen Sie, was hinterher im Extrakt noch zu untersuchen ist?

Wir machen eine Aufstockung über das Gesamtverfahren wenn wir validieren. Und das nur für diese Liste, die wir im Rahmen des Target-Screening anbieten. Dabei müssen Mindest-Kriterien für die Wiederfindung bei Extraktion und Clean-up erfüllt werden. Bei neuen Substanzen ist nicht immer gesagt, dass das Clean-up geeignet ist. Hinzu kommt die Schwierigkeit, dass wir es mit immer komplexeren, zusammengesetzten Lebensmitteln zu tun haben. Besonders im Novel-Food-Bereich wird es anspruchsvoll.

### Gibt es denn hier neue Untersuchungsstrategien?

wir berufen uns noch auf die Standard-Addition. Zur Zeit ist das die einzige praktikable

Möglichkeit. Wir wissen, wie schwierig die Matrix ist. Jede einzelne Matrix/Analyt-Kombination erfordert eigentlich eine eigene Diplomarbeit. Das kann niemand leisten.

### Wenn Sie Tee oder Gewürze untersuchen, wie gehen Sie damit um?

Wir versuchen, sie in die QueChERS-Methode zu integrieren, sie also wie eine andere waserhaltige Probe zu behandeln. Wir reduzieren die Matrixmenge und versuchen so, die Bestimmungsgrenze einzuhalten. Bei positiven Befunden in Matrizes, die schwierig sind, oder wo keine umfassenden Erfahrungen vorliegen, arbeiten wir über Aufstockung durch einen Pestizid-Standard gegen drei unterschiedliche Level, in Abhängigkeit vom gefundenen Gehalt.

### Wie gehen Sie vor bei Gewürzen aus Drittstaaten, um an die Pestizide heranzukommen?

Bei den Substanzen, auf die wir untersuchen, verfügen wir auch über die Standards.

### Wie gehen Sie z. B. bei Ölen die Reinigung an, im Hinblick auf die Terpenfraktionen?

Im Zusammenhang mit der Probenvorbereitung für fetthaltige Proben lassen sich Terpene recht gut abtrennen.

### Wie verhält es sich bei Kakao's mit Polyphenolen und Katechinen?

Das ist ein Thema für die LC. Es bedeutet nicht, dass man den Analyt gar nicht sieht, aber es kann Suppression bedeuten. Das



LECO PEGASUS® 4D-C



PEGASUS® BT 4D GCxGC Time-of-Flight Mass Spectrometer

kann also Quantifizierungsprobleme auslösen wenn man sich auf die externe Kalibration verlässt. Kleine Unterschiede im Spektrum der Polyphenole können zu Abweichungen in der Messung führen. Die Lösung auch hier ist die Addition von Standards.

**Es gibt Substanzen, die mit der QuEChERS-Methode bzw. ihren Varianten nicht detektierbar sind. Wie gehen Sie damit um?**

Bestimmte Substanzklassen nehmen wir komplett aus der QuEChERS heraus. Polychlorierte Biphenyle werden wir unpolar extrahieren mit einem eigenen Verfahren. Wir „erwischen“ aber immerhin auf diese Weise ca. 95% der Wirkstoffe. Die letzten 5% gehen in die wässrige Phase und entziehen sich damit unserer Analytik.

Für sehr polare Analyten, die in der Umkehrphasen-Chromatographie kaum Retention erfahren und in der Normalphasen-Chromatographie aufgrund der starken Wechselwirkungen zur stationären Phase nicht eluiert werden können, kann die hydrophile Interaktionschromatographie (HILIC) eine gute Alternative sein. Mit Hilfe der HILIC ist es



möglich, in einer der Normalphasen-Chromatographie ähnlichen Art, sehr polare Analyten unter wässrigen Bedingungen voneinander zu trennen.

**Wie gehen Sie mit Matrix-Effekten bei der LC um?**

Bei der LC-MS können wir mit Matrixkalibrationen die Effekte weitgehend abfangen für

eine richtige Quantifizierung. Auch mit Aufstockungen oder Verdünnungsreihen lassen sich Suppressionseffekte nachweisen und korrigieren. Rein theoretisch könnte man für jeden Analyten einen isotonenmarkierten Standard mitlaufen lassen. Kommerziell lässt sich das aber nicht mehr darstellen.

**Wie beurteilen Sie Matrix-Effekte bei der GC?**

In der GC verhält es sich anders. Hier kann es auch zu einer Verstärkung des Signals kommen, oder einer Überladung von Ionenquelle und Massenspektrometer. Damit sind wir beim Stichwort GC x GC. Dabei handelt es sich um eine günstige Strategie, um die Selektivität durch eine vorgeschaltete Gaschromatographie zu erhöhen.

**Wie stellen Sie sicher, dass Ihre Ergebnisse gerichtsfest und damit nachvollziehbar sind?**

Wir sind selbstverständlich DAkkS-akkreditiert. Das ist ein aufwändiger Prozess, der mit erheblichen Nachweispflichten verbunden ist. Dazu gehören natürlich u.a. Ringversuche.

Anzeige

**Retsch**<sup>®</sup>  
MILLING SIEVING ASSISTING



Weitere Infos zur  
GRINDOMIX GM 200



## PERFEKTE HOMOGENISIERUNG VON LEBENSMITTELN

Zäh? Fettig? Faserig? Kein Problem für die Messermühle GRINDOMIX GM 200, die perfekte Mühle zur Homogenisierung von trockenen, öligen, fettigen, weichen und zähen Probenmaterialien - für Analysenergebnisse mit minimaler Standardabweichung. Jetzt mit neuem Zubehör für die Kryogenvermahlung!

[www.retsch.de](http://www.retsch.de)

part of **VERDER**  
scientific

### Wie beurteilen Sie die Robustheit der Inlet-Systeme?

Gute Frage, denn die Inlet-Systeme sind der Knackpunkt der Anlage. Bei der LC ist es die Suppression bei der Elektrospray-Ionisation. Bei der GC geht es um die Zersetzung der Probe an heißen Oberflächen. Strategien wie der automatische Liner-Wechsel bei der GC haben sich durchgesetzt. Entscheidend sind optimierte Injektionsbedingungen. Wirkungsvoll sind auch Analyte Protectants, die man zufügen kann. Auch wir haben unsere Mischungen, das muss dann aber reproduzierbar und geeignet sein. Bei der GC würde natürlich eine direkte on-column-Injektion die Problem-behaftete Verdampfung der Probe im Injektor umgehen. Mit QuECHERS-Extrakten ist das wegen der Matrixbelastung allerdings nicht möglich.

### Wie schätzen Sie die Zukunft des zweidimensionalen GCxGC-TOF ein?

Das Prinzip ist äusserst vielversprechend. Die chromatografische Trennung und die Vielzahl an Informationen, die man dadurch erhält, stellen einen Größenunterschied dar, der sehr erheblich ist. Dabei muss die Software mithalten, auch die Power der Hardware ist wichtig für die Umsetzung in die alltägliche Untersuchungspraxis. Es muss alles in sich stimmig sein. Die Geräteinstallation muss ohne große Probleme möglich sein; dass man Teile einfach austauschen kann etc. Wir werden sicher noch in überschaubarer Zeit hier Up-grades installieren.

### Wo sehen Sie den größten Verbesserungsbedarf im Datenzugriff?

Massenspektren sind gut publiziert. Bei unbekannt Substanzen wäre es wünschenswert, sie schneller zu finden. Mit Hilfe einer guten Cloud sollten sich Vergleiche herstellen lassen.

### Das gilt sicher vor allem bei Begleitstoffen. Wie beurteilen Sie die Robustheit der Ionenquellen?

Gerade bei der LC-MS haben sich die Verhältnisse verbessert. Eine Möglichkeit der Steigerung der Empfindlichkeit ist, mehr Ionen zu generieren und in das Gerät hinein zu lassen. Das belastet aber auch den gesamten Ionenpfad. Dann kann die Zuverlässigkeit abnehmen, wenn man es überreibt. Ein Beispiel ist bei der GC die Tendenz zu geschlossenen Ionenquellen, also möglichst kompakte Ionenquellen, bei denen das Trägergas auch schwerer abzupumpen ist. Die einzige Öffnung ist dann nur die Austrittslinse des Ionenstrahls. Dann bekommt man viel stärker die Möglichkeit bimolekularer Reaktionen, d.h. die Matrix-Empfindlichkeit nimmt zu und beeinträchtigt damit die Zuverlässigkeit der Quantifizierung.

Es gibt aber eine andere Strategie, wie bei LECO, wo die Ionenquelle recht offen gehalten ist. Dadurch erhält man eine grosse Robustheit gegenüber Matrix-Effekten bei der Ionisierung und gegen Verschmutzung der Quelle.

### QMS, QQQ, QTOF...gibt es da neuere Entwicklungen?

Die Idee ist, insbesondere für Biomoleküle geeignete Systeme mit hoher Massenauflösung zu einem attraktiven Preis anzubieten. Als Analytikdienstleister müssen wir aber auch deren Wirtschaftlichkeit für unsere Anwendungen im Blick behalten. Zur Zeit arbeiten wir z.B. im Bereich GC-MS mit Triple-Quadrupol- und TOF-Massenspektrometern. Wir verfügen also gleichzeitig über MS/MS-Selektivität und schnelle, nachweisstarke full-spectrum-MS. Die QuECHERS -Extrakte laufen auf beiden Geräten. Dadurch erhalten wir komplementäre Informationen. Sollte es auf einem Gerät eine starke Störung geben, können wir mit dem anderen Gerät einschätzen, was passiert ist.

### Illegale Pestizide scheinen ein Problem zu sein.

Die Rate an Reklamationen bei Bioware ist relativ gering. Der Auffangwert liegt bei 10 Mikrogramm je kg. Das kann auch aus falscher Handhabung herrühren.

### Wie viele Proben untersuchen Sie pro Jahr?

Wir sind aufstrebend. Zur Zeit etwa 20.000 Proben auf Rückstände.



### Wie steht es um Mycotoxine/Aflatoxine?

Da ist man oft mit dem Zerkleinern großer Probenmengen konfrontiert. Wir haben uns dazu eine Zentrifugalmühle angeschafft. Bei bestimmten Proben setzen wir auch Wasser zu und zerkleinern dann mit Schlagmessermühlen. Es kommt eben auf die Probe an. Aflatoxine und Ochratoxin A findet die LC-MS meist in Spuren auf Haselnüssen, Pistazien, und anderen. Es gibt aber auch hin und wieder höhere Befunde.

### Messen Sie häufig andere unerwünschte Substanzen?

Rückstände aus Reinigungsmitteln spielen eine Rolle. Hier sind mögliche Laborblindwerte ein Problem.

### Haben Sie Erfahrungen, wie es dazu kommt?

Oberflächen- und Maschinenreiniger werden überall eingesetzt und enthalten Wirkstoffe in Prozent-Anteilen, die wir dann im ppb-Bereich in den Proben nachweisen sollen. Zudem handelt es sich um oberflächenaktive oder Komplex-bildende Stoffe, die hartnäckig zu Verschleppungen neigen. Also muss man Strategien anwenden um diese zu vermeiden. Z.B. destillieren wir aus diesem Grund alle Lösungsmittel vor Gebrauch.

### Wie unterscheiden Sie Fehler von innen gegenüber Fehlern die von aussen eingetragen werden?

Man kann nicht alles in Regeln fassen und vorhersehen. Das Schlüsselwort ist die Erfahrung der MitarbeiterInnen. Unser Alleinstellungsmerkmal ist die Kundennähe. Unser Labor hat verschiedene Gesellschafter erlebt. Das Team ist aber im Grunde weitgehend identisch geblieben. Bei uns gibt es keine Warteschleifen am Telefon und Sie bekommen schnell einen Analytiker, der gezielte Fragen beantwortet.

### Wie sehen die neuesten Trends aus?

OMICS-Konzepte in der Ernährung wie FOODOMICS sind neuere Trends. Der Blick auf die Lebensmittel wird immer komplexer.

### Wo sehen Sie Spielraum für technologische Verbesserungen.

Ich denke an die IT aber auch an den Bereich der Robotik. Wir haben noch recht viel manuelle Arbeit. Der Workflow muss weiter optimiert werden. Die Hersteller könnten sich idealerweise auf einheitliche Datenformate einigen und Schnittstellen.

Vielen Dank!