

# Fraktionierung von Milch zur Spurenanalytik von Kontaminanten und Rückständen

Christian BAUMGARTNER<sup>1</sup> und Jan-Michael STEILS<sup>1</sup>

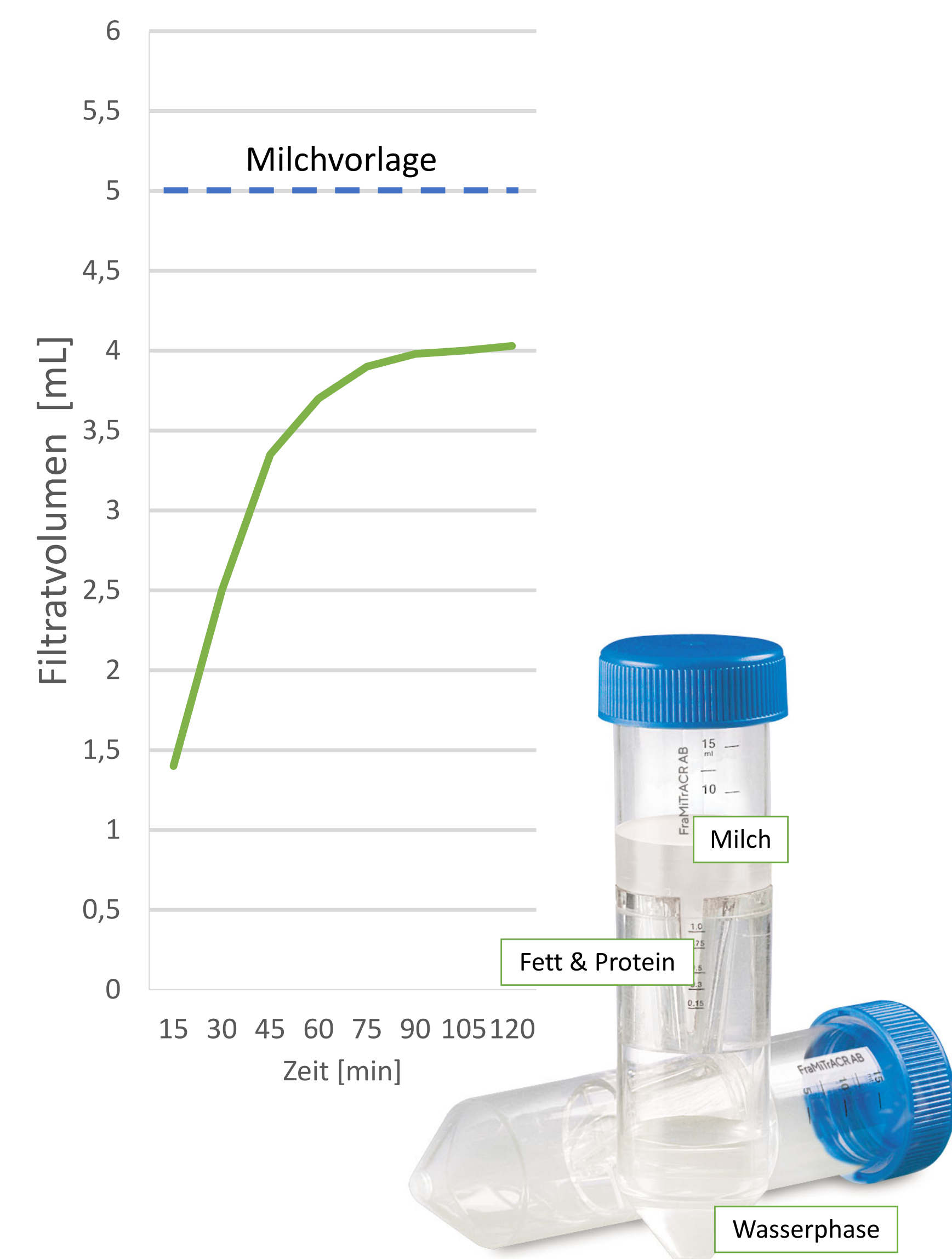
## Ziel

Entwicklung einer neuen **passiven Methode** für **Rohmilch** zur Probenvorbereitung für die **Rückstandsuntersuchung** auf Chlorat und Perchlorat (C/PC) mit **IC** und **LC-MS/MS**.

## Material und Methoden

Unverarbeitete Rohmilch wurde mit einer **Fraktionierungseinheit (FraMiTrACR C/PC®)** und einer Standard-Tischzentrifuge in die Phasen "Wasser" und "Fett & Protein" getrennt. Sowohl 10 mL Rohmilch mit einem Festwinkelrotor bei 30 Minuten und 2.000 x g als auch 5 mL Rohmilch mit einem "Swing Out"-Rotor bei 30 Minuten und 4.000 x g ergaben **etwa die Hälfte des zugeführten Probenvolumens als Wasserphase**.

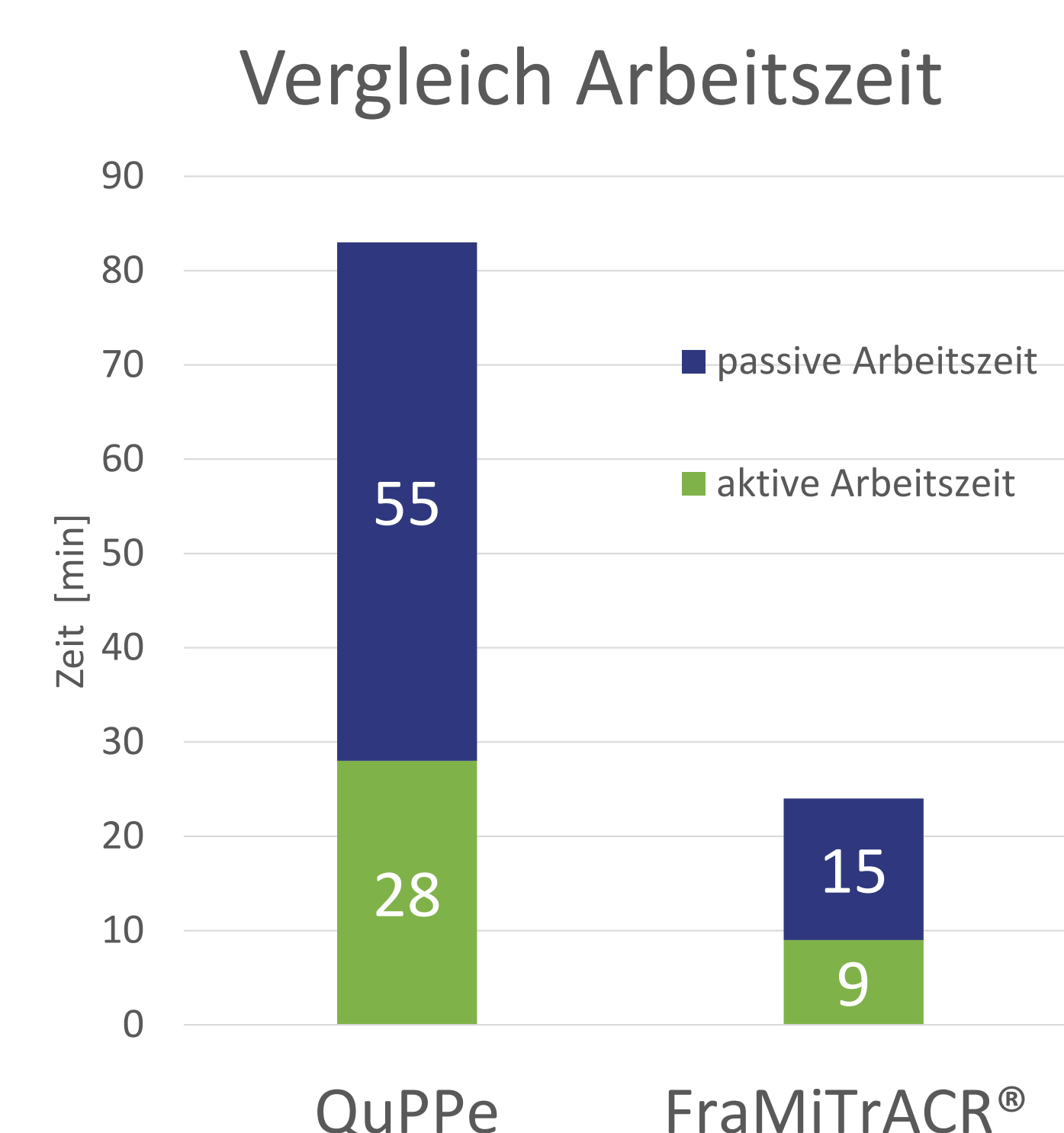
Für die Analyse der Wasserphase auf C/PC wurde das **930 Compact IC Flex System (Metrohm)** mit Dosis-Gradiententechnik zur Bestimmung von Anionen nach sequentieller Unterdrückung und Leitfähigkeitsdetektion (IC) eingesetzt. Für jede Bestimmung wurden **0,25 mL Wasserphase** in den Analysator injiziert. Zu Beginn der Entwicklung wurde die Anionen-matrix in der Wasserphase aus Milchproben gewonnen, die frei von Chlorat und Perchlorat waren. Um die **Nachweisgrenze zu verbessern**, wurde bei der Auswertung der Ergebnisse die **charakteristische Anionenmatrix der Wasserphase subtrahiert**. Der C/P-Gehalt wurde unter Verwendung von **spiked-Proben in Standardserien** und auch in **nativen Proben** bestimmt. Um eine **Vergleichbarkeit** mit bisher verwendeten Methoden zu erhalten, wurden die Rohmilchproben gleichzeitig in einem **Auftragslabor** mit der modifizierten **Quppe-Methode** und Flüssigkeitschromatographie mit Tandem-Massenspektrometrie-Kopplung (**LC-MS/MS**) analysiert.



## Ergebnisse

In der mit der Fraktionierungseinheit (FraMiTrACR C/PC®) gewonnenen **Wasserphase** konnte mit der verwendeten **IC-Methode** eine **Nachweisgrenze von 0,003 mg/kg für Chlorat und Perchlorat** erreicht werden. Bei der Analyse der Wasserphase mittels **LC-MS/MS** wurde eine **Nachweisgrenze von bis zu 0,001 mg/kg Chlorat und Perchlorat** erreicht. Im direkten **Vergleich** zu etablierten Probenvorbereitungsmethoden wie **Quechers** und **Quppe** ergibt sich durch die beschriebene passive Probenvorbereitung eine **deutliche Einsparung an Arbeitszeit (ca. 70%)** und damit der Personalkosten. Darüber hinaus führt der vollständige **Verzicht auf Extraktionslösungsmittel** oder andere Additive zu weiteren Kosteneinsparungen in der Laborprozesskette und **schließt gleichzeitig das Risiko unerwünschter Kontaminationen aus**.

Die **Fraktionierungseinheit FraMiTrACR®** eröffnet in unterschiedlichen Spezifikationen **neue Möglichkeiten** zur Rückstandsanalytik in Milch- und Milchprodukten. Positive Ergebnisse für **Antibiotika** liegen vor. Weitere Studien zu anderen Analyten werden folgen.



## Literatur / Referenzen

1. Chlorate and Other Oxychlorine Contaminants Within the Dairy Supply Chain, 2018 Institute of Food Technologists®, doi: 10.1111/1541-4337.12393, Vol.17,2018 Comprehensive Reviews in Food Science and Food Safety, William P. McCarthy, Tom F. O'Callaghan, Martin Danahar, David Gleeson, Christine O'Connor, Mark A. Fenelon and John T. Tobin
2. Perchlorate in Milk, Environ. Sci. Technol. 2003, 37, 21, 4979–4981, Andrea B. Kirk, Ernest E. Smith, Kang Tian, Todd A. Anderson, and Purnendu K. Dasgupta
3. Quick Method for the Analysis of Numerous Highly Polar Pesticides in Food Involving Extraction with Acidified Methanol and LC MS/MS Measurement II. Food of Animal Origin (QuPpe AO Method), M. Anastassiades; A.-K. Wachter; D. I. Kolberg; E. Eichhorn; A. Benkenstein; S. Zechmann; D. Mack; A. Barth; C. Wildgrube; I. Sigalov; S. Görlich; D. Dörk; G. Cerchia
4. Sample processing method for the determination of perchlorate in milk, Analytica Chimica Acta 567 (2006) 73–78, Jason V. Dyke, Andrea B. Kirk, P. Kalyani Martinelango, Purnendu K. Dasgupta
5. DIN ISO 11352:2013 Wasserbeschaffenheit - Abschätzung der Messunsicherheit beruhend auf Validierungs- und Kontrolldaten (ISO 11352:2012)



<sup>1</sup> pureMilk analytical GmbH

[www.pureMilk.eu](http://www.pureMilk.eu)

Korrespondenzadresse:

Dr. Christian Baumgartner

Freyunger Str. 15 | D-94065 Waldkirchen

[office@pureMilk.eu](mailto:office@pureMilk.eu) | fon +49 171 8462612