

LC-MS based Detection of Antibiotics in Water Samples - Application on Wastewater Samples from Hainan, China

Abstract

Die jährliche globale Produktion in der Aquakultur hat sich in den vergangenen 15 Jahren mehr als verdreifacht. Grund dafür ist die immens steigende Nachfrage an Fischprodukten und Meeresfrüchten in der Weltbevölkerung, die durch den Wildfang nicht alleine gestillt werden kann. Geschätzte 56 % der gesamten Weltbevölkerung beziehen mindestens 20 % ihres tierischen Proteinbedarfs von Fischen und Meeresfrüchten. Der Einsatz von Antibiotika und Pestiziden in der tropischen Aquakultur gehört zu den dort herrschenden Konditionen. Dies birgt zum einen gesundheitliche Risiken für den Konsumenten der dort produzierten Fischprodukte und zum anderen ökologische Risiken. Mit der in dieser Arbeit entwickelten Methode sollen zukünftig Wasserproben aus der chinesischen Fisch- und Schrimps-Zucht analysiert werden.

Die vorliegende Arbeit beschäftigt sich mit der Entwicklung einer optimierten Messmethode mittels LC-MS mit Elektrospray (ESI) zur gleichzeitigen Detektion der Antibiotika Avilamycin, Chlortetracyclin, Erythromycin und Furazolidon sowie des Pestizids Malachitgrün und dessen Metaboliten Leukomalachitgrün in ein und derselben Standardlösung. Sie liefert eine detaillierte Beschreibung des Vorgehens während der Methodenentwicklung und Optimierung sowie der dabei auftretenden Schwierigkeiten in Bezug auf aufkommende chemische und technische Probleme. Das Ziel besteht darin eine Methode zu entwickeln, die eine optimierte Gradientenelution vorweist, sodass eine weitestgehend vollständige Trennung aller Analyten bei akzeptablen Retentionszeiten erfolgt.

Das während der Messungen am LC-MS-Gerät verwendete Säulenmodell ist die Luna 3u PFP (2) 100 A 150 × 3.00 mm von Phenomenex (Aschaffenburg, Germany). Die insgesamt drei getesteten Methoden liefern für die Methode 3 die besten Ergebnisse. Sie zeichnet sich durch den Einsatz der Lösungsmittel A, Wasser (pH 5.0) (+0.1 % Ameisensäure), und Lösungsmittel B, Acetonitril (+0.1 % Ameisensäure), einem Gradienten von T = 0 min: 0 % B, T = 2 min: 0 % B, T = 30 min: 95 % B, T = 35 min: 95 % B und einer Flussrate von 0.2 ml/min aus. Eine Optimierung der Methode 3 ergibt die Methode 3 D mit einem Gradienten von T = 0 min: 10 % B, T = 20 min: 100 % B, T = 30 min: 100 % B und einer Flussrate von 0.3 ml/min. Die Methode 3 D ermöglicht die Detektion der Antibiotika Erythromycin und Chlortetracyclin sowie Dehydrato-Erythromycins und des Pestizids Malachitgrün. Die Anwendung der Festphasenextraktion (SPE), zur Anreicherung und Aufreinigung wässriger Proben, liefert hinsichtlich der Standardlösungen Ergebnisse für die Antibiotika Chlortetracyclin und Furazolidon, für Dehydrato-Erythromycin und für das Pestizid Malachitgrün sowie dessen Metaboliten. Die zur SPE verwendete Säule ist eine OASIS-HLB Kartusche von Waters Corporation (Milford, Massachusetts USA). Die Anwendung der Methode 3 D zur Messung von mittels SPE aufbereiteten

Abwasserproben aus Hainan (China), liefert Ergebnisse bzgl. der Detektion Malachitgruns.