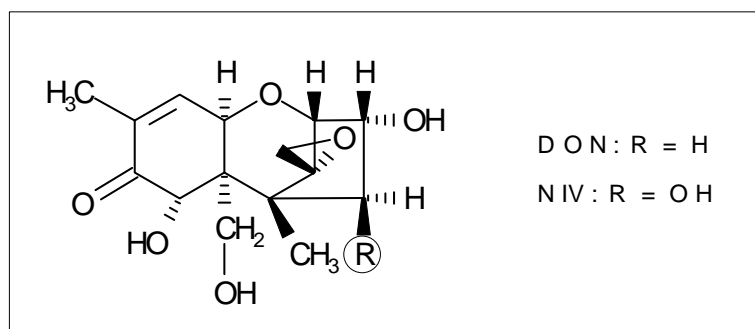


## TRICHOHECENE (DON/NIV)



Trichothecene sind Mycotoxine, die von Schimmelpilzen der Gattung *Fusarium* und *Trichothecium* gebildet werden. Die Trichothecene werden generell in zwei Klassen, Typ A und B eingeteilt. Von den Typ B Trichothecenen wird derzeit nur das Deoxynivalenol (DON) per Gesetz innerhalb der Europäischen Union geregelt; weitere sollen folgen. DON-bildende Fusarienstämmen sind meist in gemäßigten Klimazonen zu finden und treten daher gehäuft in Europa aber auch Nordamerika bei geeigneten Wetterlagen während der Ährenblüte auf, so dass es zu den so genannten „Fusarienjahren“ mit erhöhten DON-Werten in Getreide kommt. Die erlaubten Grenzwerte liegen je nach Lebensmittel zwischen 200 und 1750 ppb. Um DON robust bis in untere ppb-Bereiche messen zu können, empfiehlt sich die Verwendung der Nachsäulenderivatisierung, die in diesem Fall eine doppelte Spezifität aufweist.

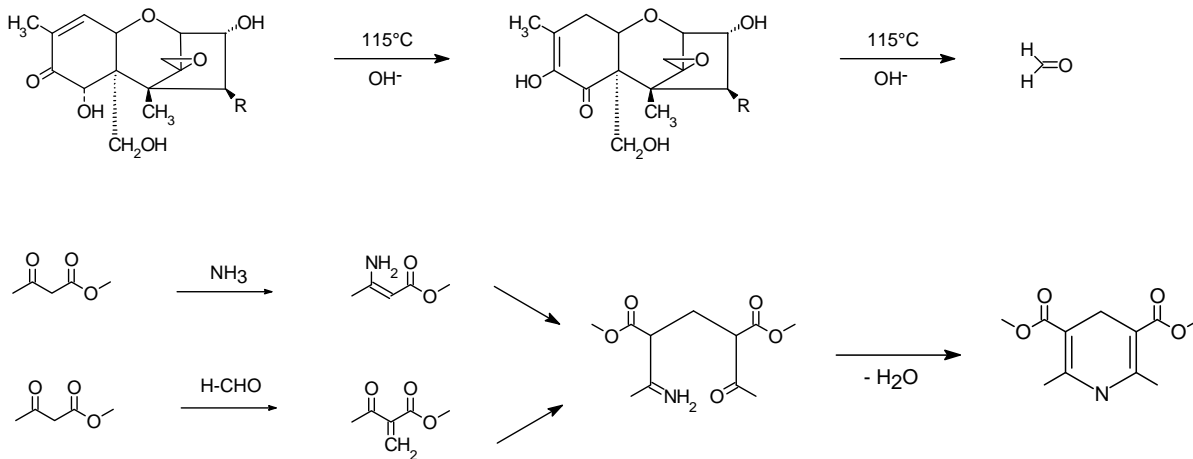


Die Struktur von Deoxynivalenol und Nivalenol

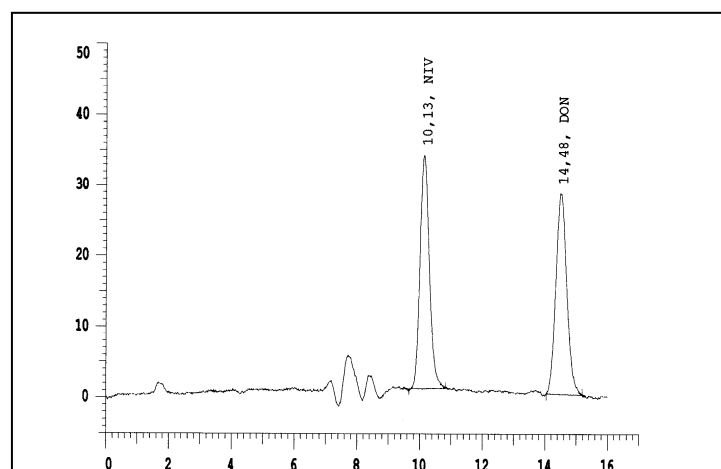
Für diese Applikation bietet LCTech das Nachsäulenderivatisierungs-System **PINNACLE PCX** von **PICKERING Laboratories** an.

## Methodenbeschreibung

Nach Homogenisierung und Extraktion der Probe wird der erhaltene Rohextrakt über Einweg-Säulen gereinigt. Das Deoxynivalenol und Nivalenol im Säuleneluat werden anschließend auf einer Reversed Phase-Säule getrennt und mittels des PINNACLE PCX-Systems in einer zweistufigen Reaktion (siehe Schema unten) derivatisiert. Formal wird im ersten Reaktionsschritt aus den Trichothecenen im alkalischen Milieu Formaldehyd abgespalten. Dieses wird dann im zweiten Schritt zusammen mit Ammoniumacetat und Acetylessigsäuremethylester in einer Hantzschschen Reaktion zu einem stark fluoreszierenden Lutidin-Derivat umgesetzt. Die Messung erfolgt anschließend mittels Fluoreszenz-Detektor.



## Chromatogramm



Chromatogramm eines DON/NIV-Standards (je 50 ng)

## HPLC-Bedingungen und Derivatisierungsparameter

<b>HPLC</b>	
Betriebsmodus	Gradient
Eluent	Essigsäure 0,01 M/Acetonitril (9/1, v/v)
Entgasung	Helium- oder Vakuum-entgast
HPLC-Säule	RP C18 mit polarem Endcapping, 250 x 3 mm mit Vorsäule
Flussrate	0,4 mL/min
Injektionsvolumen	Bis 200 µL
<b>Nachsäulenderivatisierung</b>	
Pinnacle PCX	Zweistufig
Säulenofen	35 °C
Reaktorvolumen	Spezieller Reaktor
Reaktortemperatur	115 °C
Reagenz 1	0,15 N NaOH
Reagenz 2	2 M Ammoniumacetat, 0,03 M Acetylessigsäuremethylester
Reagenzfluss	0,3 mL/min
<b>Detektion</b>	
Messart	Fluoreszenz-Detektion
Anregungswellenlänge	360 nm
Emissionswellenlänge	470 nm
Zelle	Analytisch; druckstabil bis 7 bar

## Literatur

- 1) A. Sano, S. Matsutani, M. Suzuki, S. Takitani, *J. Chromatogr.*, **1987**, 410, 427 – 436.
- 2) R. Schuhmacher, R. Krska, J. Weingaertner, M. Grasserbauer, *Fresenius J. Anal. Chem.* **1997**, 395, 510 – 515.
- 3) R. Krska, *J. Chromatogr. A* **1998**, 815, 49 – 57.
- 4) COMMISSION REGULATION (EC) No **1126/2007** of **28 September 2007**.
- 5) Informationen des Bayerischen Landesamtes für Gesundheit und Lebensmittelsicherheit unter [http://www.lgl.bayern.de/de/left/fachinformationen/lebensmittel/mykotoxine\\_hoehstmengenregelung.htm](http://www.lgl.bayern.de/de/left/fachinformationen/lebensmittel/mykotoxine_hoehstmengenregelung.htm)

## Bestellinformationen

Bestellnummer	Beschreibung
1153-1072	PINNACLE PCX – Zweistufig; spezieller Reaktor