

Matrix des Monats

Februar 2014:
**Aflatoxine B/G und
Ochratoxin A
in Trinkkakao**



Haben Sie einen speziellen Wunsch, welche Matrix wir testen sollen? Geben Sie uns Bescheid per e-Mail an info@LCTech.de!

Protokoll

20 Gramm homogenisierter Trinkkakao werden mit 2 Gramm Natriumchlorid versetzt und mittels Zugabe von 100 mL 80/20 (Methanol/Wasser (v/v)) und 50 mL n-Hexan extrahiert (20-30 min). Bei schlechter Extraktionseffizienz kann das Matrix zu Extraktionsmittelverhältnis verändert werden (10 Gramm/100 mL). Der Extrakt wird filtriert und zur Unterstützung der Phasentrennung zwischen der wässrigen und der n-Hexan-Phase bei 2000xg für 10 Minuten zentrifugiert. Von der wässrigen Phase (untere Phase) werden 2 mL mit 12 mL PBS-Puffer, der 8% Tween20 enthält, verdünnt.

Der Extrakt wird auf die Immunoaffinitätssäule (AflaCLEAN bzw. OtaCLEAN) geladen, nach dem Auftragen der Probe wird das Vorlagengefäß mit 10 mL deionisiertem Wasser gespült und die Waschlösung ebenfalls auf die IAC-Säule geladen.

Die Säule wird getrocknet und mittels Methanol (2mL) eluiert. Hierbei ist darauf zu achten, dass der Methanol in das Säulenbett eindringt und 5 Minuten inkubiert, um die Antikörper-Toxinbindung komplett aufzulösen.

Das Eluat wird für die analytische Messung mittels HPLC auf die Laufmittelverhältnisse verdünnt und gemessen.

Laufbedingungen

Aflatoxine B/G

HPLC: Dionex Ultimate 3000 isokratisch

Säulenofen: 36 °C

Trennsäule: RP C18

Flussrate: 1,2 mL/min, Wasser/Methanol/Acetonitril (60/30/15 (v/v/v))

Fluoreszenzdetektion: photochemische Derivatisierung mit UVE

Anregungswellenlänge: 365 nm

Emmissionswellenlänge: 460 nm

Ochratoxin A

HPLC: Dionex Ultimate 3000 isokratisch

Säulenofen: 40 °C

Trennsäule: EC125/3 Nucleosil 120-3 C-18

Flussrate: 0,6 mL/min, Wasser/Methanol/Acetonitril (40/55/5 (v/v/v))
+ 1% Essigsäure

Fluoreszenzdetektion: -

Anregungswellenlänge: 335 nm

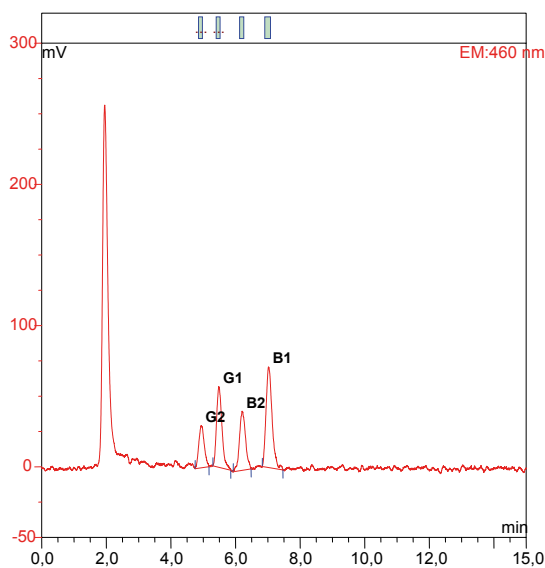
Emmissionswellenlänge: 465 nm

Wiederfindungen

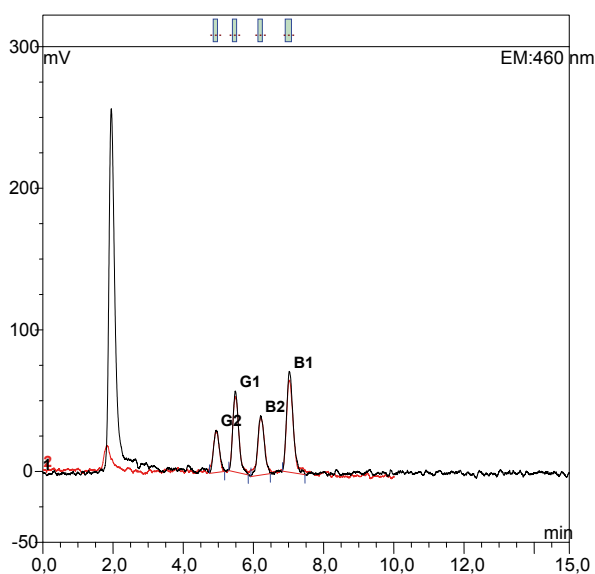
| Gehalte an Aflatoxinen B1, B2, G1 und G2 sowie Ochratoxin A in Trinkkakao | | | | | |
|---|-----------|-----|-----|-----|--------------|
| | Aflatoxin | | | | Ochratoxin A |
| | B1 | B2 | G1 | G2 | |
| Standard* | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 |
| Wiederfindungsrate** Trinkkakao 10 ppb | 99 | 94 | 99 | 90 | 85 |

* Standard wurde = 100% gesetzt , ** korrigiert mit nicht gespikter Probe

Chromatogramme



Aflatoxine:
Trinkkakao, 10 ppb

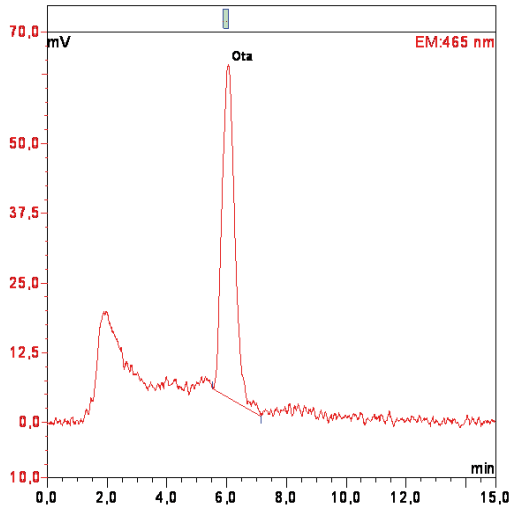


Aflatoxine:
Überlagerung der beiden
Chromatogramme

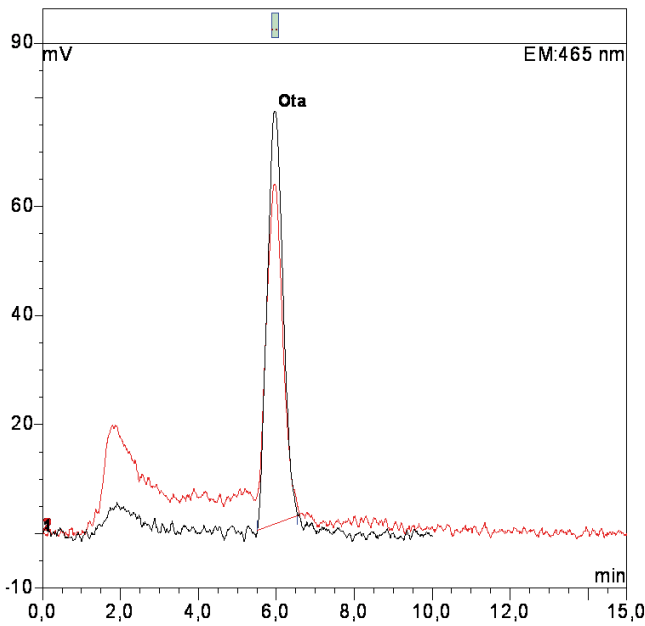
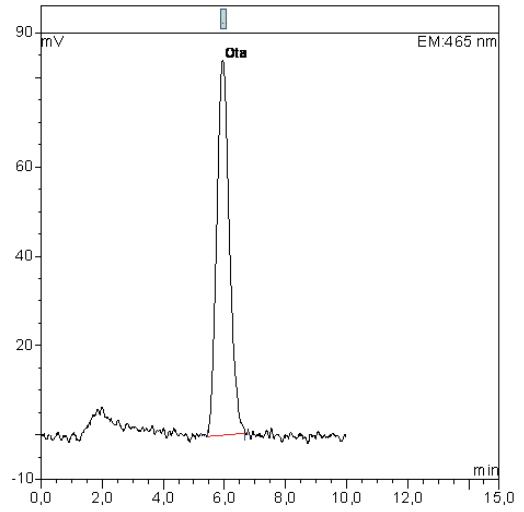
Weitere Chromatogramme →

Chromatogramme

Ochratoxin A:
Trinkkakao, 10 ppb



Ochratoxin A:
Standard, 10 ppb, (4 ng/2 mL)



Ochratoxin A:
Überlagerung der beiden
Chromatogramme

Diese LCTech Produkte kamen zum Einsatz:

AflaCLEAN,
Immunoaffinitäts-Säule
für die Aflatoxine B1, B2, G1, G2

P/N 10514

UVE,
Photochemischer Reaktor
für die Aflatoxin-Analytik

P/N 10519

HPLC Säule,
für die Aflatoxin-Analytik

P/N 10522

OtaCLEAN,
Immunoaffinitäts-Säule
für Ochratoxin A

P/N 10515

Sie haben weitere Fragen?
Schreiben Sie uns eine e-Mail an info@LCTech.de