

Matrix des Monats

Juni 2015:

Deoxynivalenol in Haferflocken mittels der Aufreinigungssäule DONeX



- **manuell und automatisiert** -

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

Zu Deoxynivalenol und DONeX

Deoxynivalenol, auch bekannt als Vomitoxin, kommt als Stoffwechselprodukt verschiedener Pilze der Gattung *Fusarium* (*F. culmorum*, *F. graminearum*) vor allem auf Getreide (Weizen, Gerste, Hafer) vor.

Im Regelfall wird das Toxin mittels HPLC / UV-Detektor oder alternativ mit HPLC / FLD und anschließender Nachsäulenderivatisierung oder LC / MS analysiert. Bei allen drei Verfahren erhöht eine gute Probenvorbereitung die Lebensdauer des Analysesystems und der HPLC-Säule und verringert Störungen durch Matrixbestandteile. Gleichzeitig verkürzen sich durch eine Vorreinigung die Laufzeiten des HPLC-Systems um ca. die Hälfte.

Die von LCTech entwickelte Clean-Up Säule DONeX schließt Störungen durch die Matrix und damit verbundene lange Chromatographien und störende Matrixpeaks aus. Bessere und schnellere Chromatogramme sowie höhere Messempfindlichkeit sind die Folge.

Automatisierte Bearbeitung mit FREESTYLE SPE

Die Aufreinigungssäule DONeX steht als 3 mL Format zur Verfügung und ist damit ebenfalls für die automatisierte Bearbeitung mit dem LCTech System FREESTYLE geeignet. Das FREESTYLE System wird dafür mit dem SPE-Modul ausgestattet.

Bestücken Sie FREESTYLE mit Ihren Proben und den Aufreinigungssäulen DONeX. Wählen Sie die Methode in der Software aus oder ändern Sie sie Ihren eigenen Wünschen entsprechend ab und starten Sie die Bearbeitung. Jetzt bearbeitet das FREESTYLE System Ihre Proben zuverlässig, rund um die Uhr.



*Zuverlässig, präzise
und rund um die Uhr:
FREESTYLE*

FREESTYLE mit SPE, EVaporations- und GPC-Modul

Manuelle Bearbeitung →

Protokoll zur manuellen Bearbeitung



Extrahieren Sie 10 g sorgfältig homogenisierte Haferflocken mit 50 mL der Extraktionslösung (Acetonitril / Wasser, 84/16, v/v) in einem Becherglas bei hoher Geschwindigkeit, z.B. mit einem Ultraturax.

Filtrieren Sie den Extrakt durch einen Faltenfilter. 20 mL (entspricht 4 g Matrixequivalent) werden unter Nutzung eines Vacuum Manifolds (z.B. LCTech's EluVac) auf die DONeX Säule gegeben. Den Durchfluss für die weitere Analyse aufbewahren, da er das Toxin enthält.

Das Vorlagengefäß mit 10 mL Acetonitril/Wasser (84/16, v/v) spülen und die Spüllösung ebenfalls auf die Säule geben. Nachdem die Spüllösung die Säule passiert hat, diese mit der Durchflussfraktion der Probe vermischen und 7,5 mL der gemischten Lösung (entspricht 1 g Matrixequivalent) mit Stickstoff bis zur Trockene evaporieren und in 0,5 mL HPLC-Lösungsmittel wieder lösen.

HPLC-Laufbedingungen

Deoxynivalenol

Säulenofen: 33 °C
 HPLC-Trennsäule: RP C18 (P/N 10544)
 Flussrate: 1 mL/min
 Laufmittel: 90 % 0,01 M Essigsäure, 10 % Acetonitril
 Fluoreszenzdetektion mit
 Derivatisierung: Nachsäulenderivatisierung von Pickering

Pinnacle PCX Dual Pump

Säulenofen: 35 °C
 Reaktorvolumen: spezieller Reaktor
 Reaktor Temperatur: 115 °C
 Reagenz 1: 0,15 N NaOH
 Reagenz 2: 2 M Ammoniumacetat, 0,03 M Methyl Acetoacetat
 Reagenzfluss: 0.3 mL/min
 Anregungswellenlänge: 360 nm
 Emmissionswellenlänge: 470 nm

Wiederfindungen

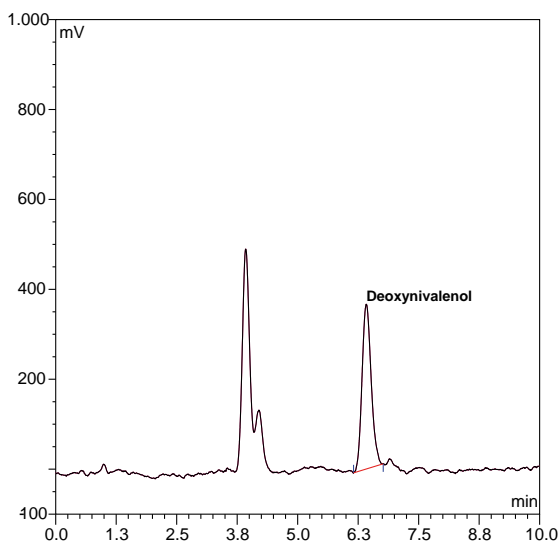
Gehalt an Deoxynivalenol in Haferflocken	
Deoxynivalenol	
Standard*	100
Wiederfindungsrate** Haferflocken 1 ppm Deoxynivalenol	100

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

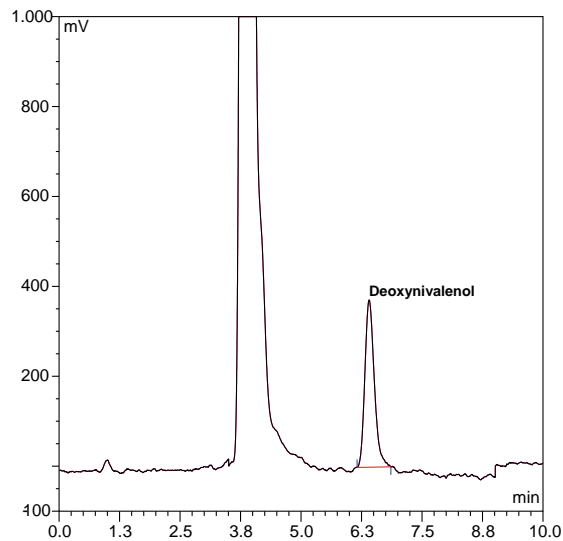


Auffreinigungssäule DONeX

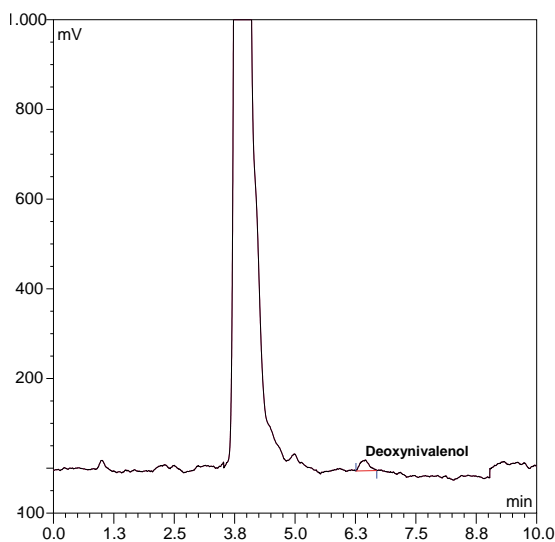
Chromatogramme →



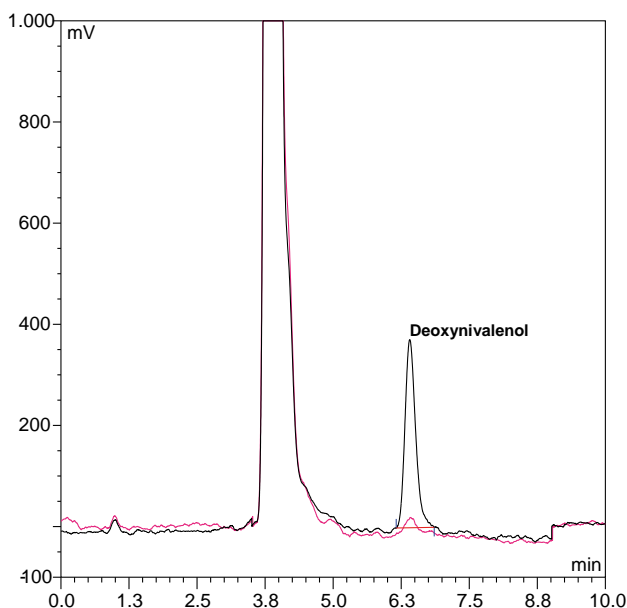
**Standard, repräsentiert 1 ppm
Deoxynivalenol; Injektionsvolumen 20 µL**



**Haferflocken, gespickt vor der Extraktion
mit 1 ppm (1 µg/g) Deoxynivalenol**



Haferflocken, nicht gespickt, Blindprobe



**Überlagerung der Chromatogramme.
Blindprobe (rot)
Gespickte Probe (schwarz)**

Diese LCTech Produkte kamen zum Einsatz:

DONeX, Aufreinigungssäule für die DON-Analytik

P/N 12792 / 12793

HPLC-Trennsäule, RP C18

P/N 10544

Pickering Pinnacle PCX Dual Pump

P/N 1153-1072

EluVac Vakuum Manifold Set

P/N 12415

FREESTYLE SPE Robotiksystem zur Probenvorbereitung

P/N 12663 / 12668

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