

Juli 2016

Zearalenon in Hühnerfutter

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

Probenvorbereitung und -analytik

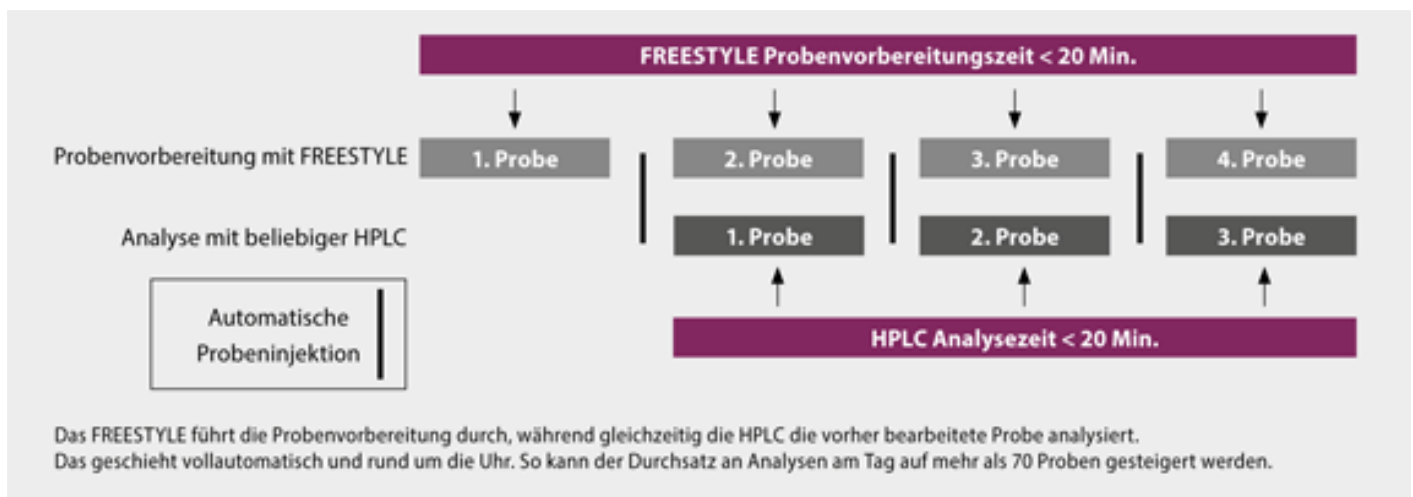
MYKOTOXINE

Affinitätssäulen ZeaCLEAN SMART

Die ZeaCLEAN SMART sind als kleines 3 cm Polypropylen-Format erhältlich und wurden speziell für hohen Probendurchsatz in der Lebens- und Futtermittelanalyse über HPLC mit Fluoreszenzdetektion und LC-MS entwickelt. Mit Verwendung der SMART-Säulen lassen sich bei Extraktion, Verdünnung, Waschen und Elution mehr als 80 % der Lösungsmittel einsparen. Die Affinitätssäulen ZeaCLEAN SMART eignen sich für die Aufreinigung aller Getreide- und Öl-Proben für die anschließende Mykotoxinanalytik. Die Aufreinigung kann entweder manuell oder automatisiert erfolgen.

Vollautomatisierte Bearbeitung mit FREESTYLE ThermELUTE™

In Kombination mit dem Robotiksystem FREESTYLE ist eine vollautomatische Bearbeitung der Proben vom Extrakt bis zum Chromatogramm mit hervorragenden Wiederfindungsraten für alle Matrices möglich. Ausgestattet mit dem SPE- und dem ThermELUTE™-Modul, werden Messempfindlichkeiten bis in den ppq Bereich, reproduzierbare Ergebnisse und ein hoher Probendurchsatz erreicht.



Protokoll zur manuellen Bearbeitung

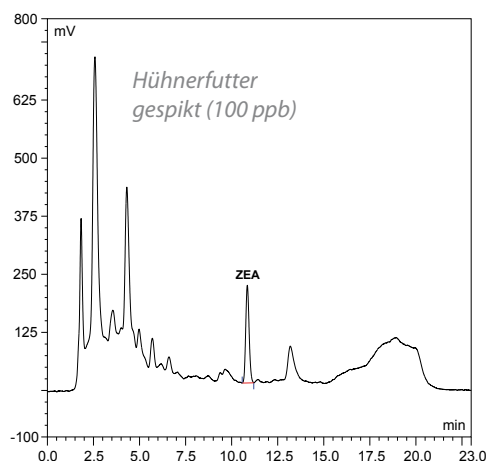
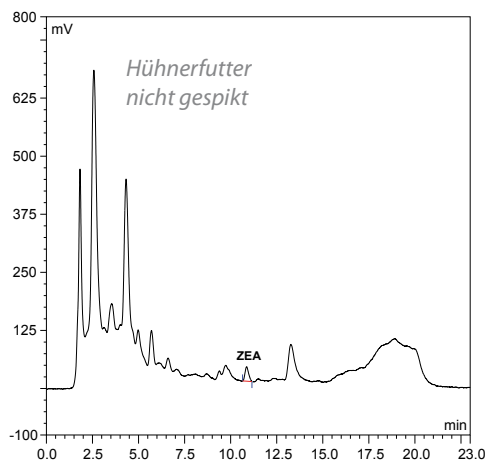
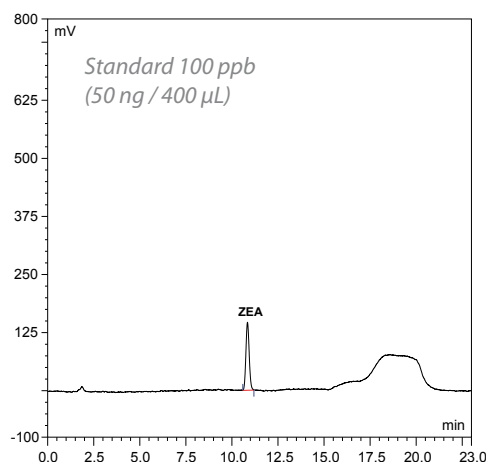
Extrahieren Sie 20 g homogenisiertes Hühnerfutter durch 100 mL Methanol/Wasser (80/20 (v/v)) für 5 bis 10 Minuten. Filtrieren Sie den Rohextrakt und verdünnen Sie 5 mL davon mit 35 mL PBS. Um Trübungen zu entfernen, filtrieren Sie anschließend durch einen GF/A Whatman Filter.

Laden Sie maximal 20 mL Probe (dies entspricht 0,5 g) auf die ZeaCLEAN SMART Säule. Waschen Sie die Säule und das Vorlagegefäß mit 4 mL 20 % Acetonitril in HPLC-Wasser.

Eluieren Sie die Säule mittels Zugabe von 400 µL Acetonitril und verdünnen Sie auf die Laufmittelverhältnisse. Achten Sie dabei darauf, dass das Acetonitril 5 Minuten in das Säulenbett einwirkt, bevor Sie das Eluat auffangen.

Injizieren Sie die Probe anschließend in die HPLC.

Chromatogramme



HPLC-Laufbedingungen (Zearalenon)

Säulenofen	38 °C
HPLC-Säule	150 x 4,6 mm; RP C18 (P/N 10522) mit Vorsäule 8 x 4 mm (P/N 10523); + Vorsäulenhalter (P/N 10750)
Flussraten	1,0 mL/min (75% A, 25% B); 0-18 min 1,0 mL/min (100% A, 0% B); 18-21 min 1,0 mL/min (75% A, 25% B); 21-26 min
Laufmittel Eluent A	Wasser/Acetonitril 45/55 (enthält 2% Essigsäure (v/v))
Laufmittel Eluent B	Wasser/Acetonitril 95/5 (v/v)
Fluoreszenzdetektion	ohne Derivatisierung
Anregungswellenlänge	274 nm
Emmissionswellenlänge	440 nm
Injektionsvolumina	10-100 µL

Wiederfindungen

Gehalte an Zearalenon in Hühnerfutter

Mykotoxin	Zearalenon
Standard*	100
Wiederfindungsraten** Hühnerfutter, 100 ppb	93

*Standard wurde 100% gesetzt, **korrigiert mit nicht gespikter Probe
Die Ergebnisse stimmen mit den Performancevorgaben der EC 519 / 2014 überein (Abs. 4.3.1.1)

Diese LCTech Produkte kamen zum Einsatz:

ZeaCLEAN SMART, Affinitätsäulen für Zearalenon P/N 14741
HPLC Säule, RP C18 P/N 10522
Vorsäule, 8 x 4 mm P/N 10523
Vorsäulenhalter P/N 10750
FREESTYLE ThermELUTE™, Robotiksystem zur vollautomatisierten Probenvorbereitung P/N 12663, 13691