



August 2018

Deoxynivalenol in Getreide ~ Manuell und automatisiert ~

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

Probenvorbereitung

MYKOTOXINE

Deoxynivalenol

Deoxynivalenol (DON) ist ein weltweit vorkommendes natürliches Mykotoxin, das für den Menschen bzw. Säugtiere toxisch ist. Das Toxin kommt als Stoffwechselprodukt verschiedener Pilze der Gattung Fusarium (*F. culmorum*, *F. graminearum*) vor allem auf Getreide (Weizen, Gerste, Hafer) vor.

In der Land- und vor allem in der Viehwirtschaft spielt DON als ökonomischer Faktor eine große Rolle, da das Toxin erhebliche Produktivitätsverluste durch Verschlechterung der Tiergesundheit verursacht. Beispielsweise konnte bei Schweinen, die DON über ihr Futtermittel aufgenommen haben, eine reduzierte Gewichtszunahme von bis zu 26 % festgestellt werden.

SPE-Aufreinigungssäulen für die Analytik von Deoxynivalenol



Im Regelfall wird das Toxin mit HPLC / UV-Detektor oder LC/MS analysiert. Bei allen Verfahren erhöht eine gute Probenvorbereitung den Probendurchsatz des Analysesystems und die Lebensdauer der HPLC-Säule und verringert Störungen durch Matrixbestandteile. Gleichzeitig verkürzt sich durch eine Vorreinigung die Chromatographiezeit des HPLC-Systems um ca. die Hälfte.

Für die Aufreinigung von Deoxynivalenol in Lebens- und Futtermittelproben hat LCTech die SPE-Säulen DONeX entwickelt. Sie schließen oben beschriebene Störungen durch die Matrix und damit verbundene lange Chromatographien aus.

DONeX Säulen sind für viele gängige Matrices wie Mais, Gerste, Hafer, Weizen, Roggen, getreide-basierende Futtermittel, aber auch komplexere Matrices wie Müsli, Nudeln oder diverse Brotsorten geeignet. Auf den nachfolgenden Seiten haben wir einige Getreideprodukte für Sie unter die Lupe genommen.

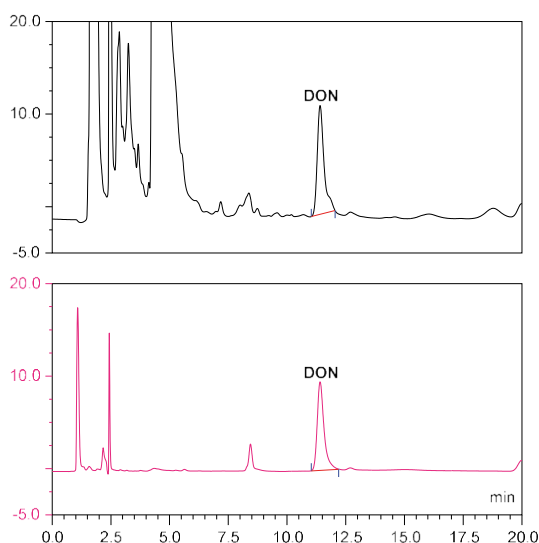
Die Aufreinigungssäule steht als 3 mL Format zur Verfügung und ist damit für die automatisierte Bearbeitung rund um die Uhr mit dem LCTech Robotiksystem FREESTYLE SPE geeignet.

Bearbeitungsprotokoll

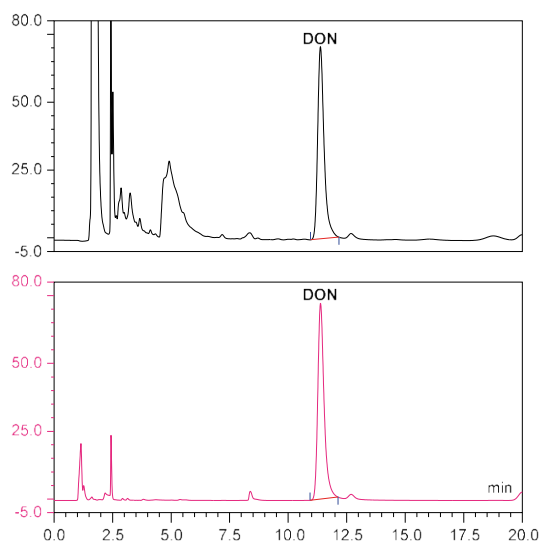
Extrahieren Sie 10 g sorgfältig homogenisiertes Weizenmehl/Hartweizengries/Hühnerfutter mit 50 mL Acetonitril/Wasser (84/16 (v/v)) in einem Becherglas bei hoher Geschwindigkeit, z. B. mit einem Ultraturrax. Filtrieren Sie den Extrakt durch einen Faltenfilter. 20 mL (entsprechen 4 g Matrix) werden unter Nutzung eines Vakuum Manifolds (z. B. das LCTech EluVac) auf die DONeX Säule gegeben. Spülen Sie das Probengefäß mit 10 mL Acetonitril/Wasser (84/16 (v/v)) und laden Sie die Spüllösung ebenfalls auf die Säule. Der Durchfluss und die Waschfraktion werden so vereint.

Evaporieren Sie anschließend 7,5 mL der gemischten Lösung (entsprechen 1 g Matrix) mit Stickstoff zur Trocknung und lösen Sie sie wieder in 0,5 mL HPLC-Lösungsmittel.

Chromatogramme Hartweizengrieß



Rot: Standard 1,5 ppm
Schwarz: Hartweizengrieß 1,5 ppm



Rot: Standard 5 ppm
Schwarz: Hartweizengrieß 5 ppm

HPLC-Laufbedingungen (Deoxynivalenol)

Mykotoxin:	Deoxynivalenol (DON)
Säulenofen:	35 °C
Trennsäule:	RP C-18 (P/N 10522)
Flussrate:	1 mL/min
Laufmittel:	95 % HPLC Wasser, 5 % Acetonitril
UV Detektion:	218 nm

Wiederfindungen

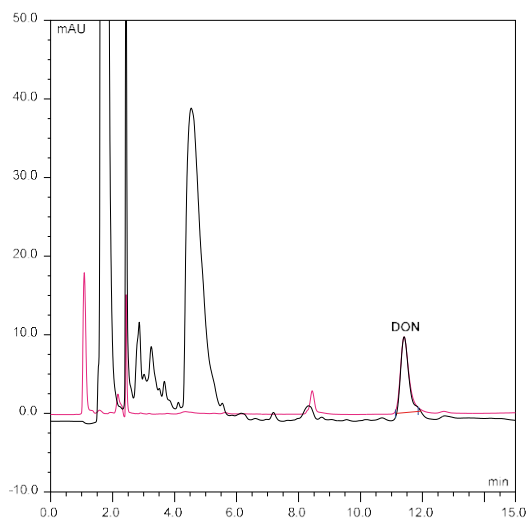
Gehalte an Deoxynivalenol in
Weizenmehl/Hartweizengrieß/Hühnerfutter

Mykotoxin	Deoxynivalenol (DON)
Standard*	100
Wiederfindungsrate** Hartweizengrieß, 1,5 ppm	101
Wiederfindungsrate** Hartweizengrieß, 5 ppm	99
Wiederfindungsrate** Weizenmehl, 1,5 ppm	98
Wiederfindungsrate** Weizenmehl, 5 ppm	99
Wiederfindungsrate** Hühnerfutter, 1,5 ppm	104
Wiederfindungsrate** Hühnerfutter, 5 ppm	101

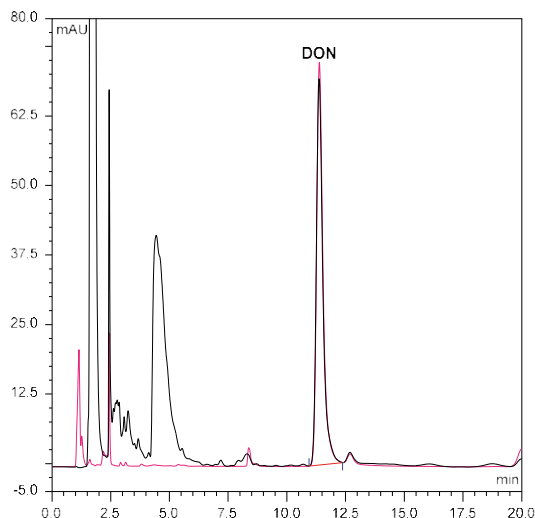
*Standard wurde 100% gesetzt, **korrigiert mit nicht gespikter Probe
Die Ergebnisse stimmen mit den Performancevorgaben der EC 401/2006 überein (Abs. 4.3.1)



Chromatogramme Weizenmehl

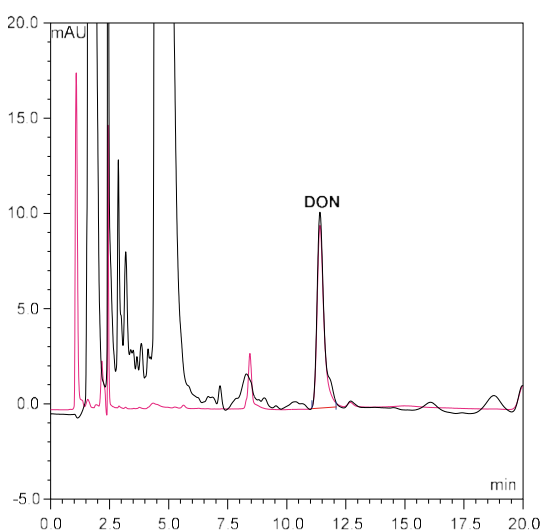


Rot: Standard 1,5 ppm
Schwarz: Weizenmehl 1,5 ppm

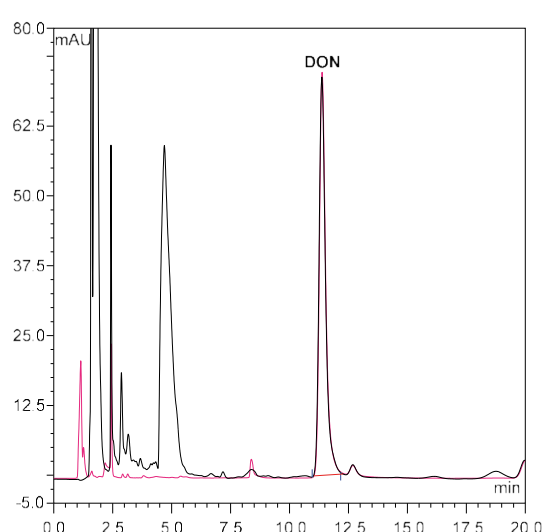


Rot: Standard 5 ppm
Schwarz: Weizenmehl 5 ppm

Chromatogramme Hühnerfutter



Rot: Standard 1,5 ppm
Schwarz: Hühnerfutter 1,5 ppm



Rot: Standard 5 ppm
Schwarz: Hühnerfutter 5 ppm

Fazit

Wie man in den Chromatogrammen sehen kann, lassen sich unter Verwendung der von LCTech entwickelten Clean-Up Säule DONeX, lange Chromatographien und störende Matrixpeaks zuverlässig ausschließen. Bessere, schnellere und aussagekräftige Chromatogramme sowie eine höhere Messempfindlichkeit sind die Folge.

Darüber hinaus lassen sich vor allem in Kombination mit einer Automatisierung ein sehr hoher Probendurchsatz sowie reproduzierbare Ergebnissen mit den Aufreinigungssäulen erzielen.

Diese LCTech Produkte kamen zum Einsatz:

DONeX, SPE-Säulen für die DON-Analytik
P/N 12792 / 12793

HPLC Trennsäule RP C-18
P/N 10522

EluVac Vakuum Manifold
P/N 12415

FREESTYLE SPE Robotiksystem für automatisierte
Probenvorbereitung
P/N 12663, 12668