

# Vollautomatische Mykotoxinanalyse von Paprika

## Vom Rohextrakt zum Chromatogramm



Die EU-Verordnung 1370/2022 hat die Grenzwerte für Ochratoxin A angepasst, was zu einer erhöhten Nachfrage nach empfindlicherer Analytik und steigenden Probenzahlen führt. Dies stellt eine Herausforderung für die Probenvorbereitung dar, da sie robust und reproduzierbar sein muss, um dem hohen Probenaufkommen und der Heterogenität der Probenmaterialien gerecht zu werden.

Die OtaCLEAN™ SMART Säulen in Kombination mit dem FREESTYLE ThermELUTE™ Probenaufreinigungssystem bieten eine effiziente Probenaufreinigung und hochempfindliche Analytik. Das FREESTYLE ThermELUTE™ mit der Möglichkeit der Anbindung an beliebige Analysegeräte bietet eine hochsensitive Analytik nicht nur für Ochratoxin A, sondern auch für die Toxine Aflatoxin B/G, Aflatoxin M1 und Zearalenon. Unter den belasteten Matrices sind Chili und Paprika häufig zu finden und aufgrund der sekundären Inhaltsstoffe besonders problematisch bei der Aufreinigung und chromatographischen Analyse.

### Produkt-Highlight

Hohe Matrixkompatibilität, hohe Flussraten und kurze Bearbeitungszeiten, effiziente Aufreinigung und beste Sensitivität machen **OtaCLEAN™ SMART** und das **FREESTYLE ThermELUTE™** zu herausragenden Spezialisten in der Mykotoxinanalytik.

- Hohe Beladungskapazität (100 ng OTA)
- Kleine Probenvolumina durch thermische Elution
- Beste Matrixkompatibilität - universell einsetzbar (Babyahrung - Lebensmittel - Gewürze - Futtermittel)

### Bearbeitungsprotokoll

Extrahieren Sie Paprika, in diesem Fall wurde ein FAPAS QC-Material (T04389QC) als exemplarische Matrix verwendet. Versetzen Sie 10 g homogene Matrix mit 1 g Natriumchlorid, 50 mL Methanol/Wasser (80/20 (v/v)) und 25 mL n-Hexan und extrahieren für 10 Minuten.

Nach der Extraktion zentrifugieren Sie bei 3000 x g für 5 Minuten. Aus der n-Hexan-freien Schicht (untere Schicht) entnehmen und mischen Sie 2 mL mit 12 mL PBS-Puffer, der 8 % Tween 20 enthält.

Geben Sie die Probe in ein Probengefäß und reinigen Sie diese mit dem FREESTYLE ThermELUTE™ unter Verwendung der OtaCLEAN™ SMART-Säule, bevor sie



FREESTYLE ThermELUTE™

OtaCLEAN™ SMART

automatisch in die HPLC injiziert wird. Der gesamte Bearbeitungsprozess besteht aus den folgenden Schritten, die nach entsprechender Parametrierung automatisch im FREESTYLE abgebildet werden.

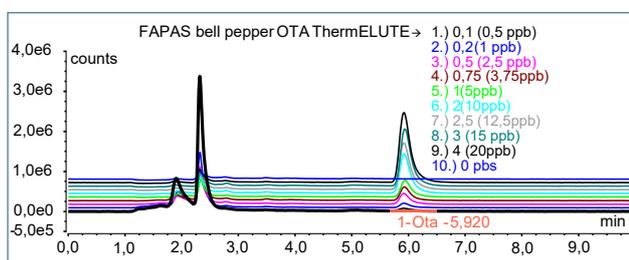
- Beladung: 2,8 mL (entspricht 0,08 g Matrixäquivalent) (Flussrate 1,5 mL/min)
- Waschen der Säule: 2 mL deionisiertes Wasser (Fließgeschwindigkeit 1,5 mL/min)
- Elution mit HPLC-Wasser durch thermische Elution im FREESTYLE ThermELUTE™ 98 °C, 6 Minuten
- Automatische Injektion des Eluats in die HPLC.



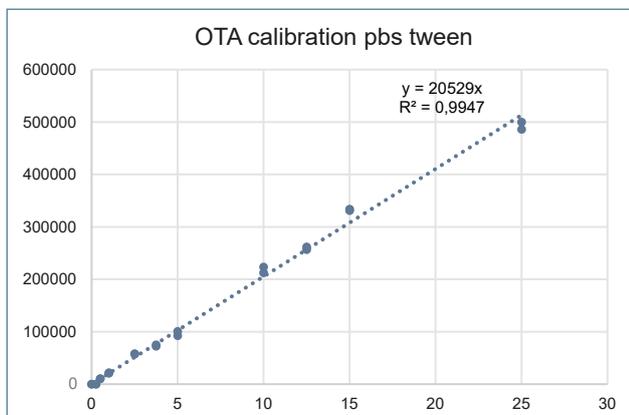
## Analytik

HPLC	isokratisch
Säulenofen	40 °C
Trennsäule	RP EC 125/3 nucleosil 120-3 C-18
Flussrate	0.6 mL/min
Laufmittel (isokratisch)	HPLC-Wasser/Methanol/Acetonitril+1 % Essigsäure (40/55/5 (v/v/v))
Fluoreszenzdetektion	Ohne Derivatisierung
Anregungswellenlänge	335 nm
Emissionswellenlänge	465 nm

## Chromatogramme



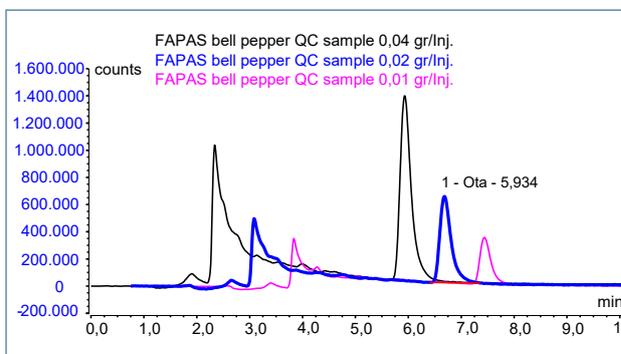
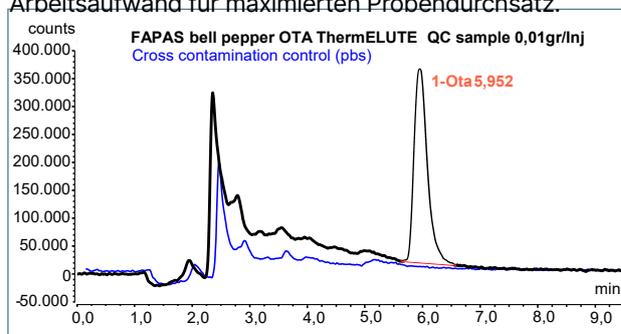
Chromatogramme der Kalibrierkonzentrationen (0-20 ppb), eine Erweiterung der Kalibrierung auf niedrigere und höhere Toxinkonzentrationen ist möglich.



Die Kalibriergerade deckt den Bereich 0-25 ppb linear ab (Korrelationskoeffizient 0,9947).

Die Probenmaterialien wurden chromatographisch analysiert und der OTA-Gehalt bestimmt. Laut Zertifikat sollte das Material einen Gehalt von 7,4-18,9 ppb enthalten. Es wurde eine Konzentration von 16,2 ppb mit einem Fehler von 1,4 % ermittelt. Bei wiederholter Verarbeitung konnte der Gehalt immer bestätigt werden. Sowohl die Tests bezüglich der Matrixtoleranz zeigten die robuste, präzise und reproduzierbare Prozessierung der Referenzmaterialprobe im FREESTYLE ThermELUTE™ (siehe

Chromatogramm). Das System hat Kreuzkontamination unterbunden (siehe Chromatogramm). Die konsequente Reinigung des Systems durch die softwaregesteuerten Prozesse zeigte keinerlei Verschleppung von Matrixinterferenzen oder Probenresten. Minimaler Arbeitsaufwand für maximierten Probendurchsatz.



## Fazit

Die OtaCLEAN™ SMART Immunoaffinitätssäule eignet sich für die Analyse von Ochratoxin in verschiedenen Matrices, einschließlich Gewürzen wie Paprika und Chili. Es wurden reproduzierbar gute Ergebnisse in Übereinstimmung mit zertifizierten Referenzmaterialien erzielt. Die Toleranz gegenüber diesen Matrices erlaubt auch die Analyse im Babynahrungsbereich, insbesondere durch die Technologie der thermischen Elution ist die großvolumige Injektion für den Mykotoxinbereich ein Gewinn an Messempfindlichkeit und in Verbindung mit der vollautomatisierten Abarbeitung ein Gewinn für jedes analytische Labor. Die Kompatibilität mit jeder HPLC-FLD- oder LC-Anlage ermöglicht einen universellen Einsatz in Lebens- und Futtermitteluntersuchungslaboratorien.

### Folgende LCTech Produkte wurden eingesetzt:

- 13346 / 13351 OtaCLEAN™ SMART
- 12663 / 12668 / 13691 FREESTYLE ThermELUTE™

Haben Sie einen speziellen Wunsch, welche Matrix wir für Sie testen sollen? Kontaktieren Sie uns per E-Mail unter: [info@LCTech.de](mailto:info@LCTech.de)