

Matrix des Monats

Dezember 2014:

Aflatoxine B/G und Ochratoxin A in Spekulatius



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

Protokoll

Versetzen Sie 20 g homogenisierte Spekulatius mit 2 g Natriumchlorid. Extrahieren Sie diese mittels Zugabe von 100 mL Methanol/Wasser (80/20 (v/v)) und 50 mL n-Hexan unter 10 minütigem starken Rühren. Filtrieren Sie den Extrakt und verdünnen Sie 10,5 mL mit 64,5 mL PBS-Puffer. Treten Trübungen auf, entfernen Sie diese durch Zentrifugation oder durch Filtration.

Laden Sie 50 mL des Filtrats auf die Immunoaffinitätssäule Afla-OtaCLEAN mit einer maximalen Flussrate von 2 mL / min. Spülen Sie nach dem Auftragen der Probe das Vorlagengefäß mit 10 mL deionisiertem Wasser und laden Sie die Waschlösung ebenfalls auf die IAC-Säule. Trocknen Sie die Säule und eluieren Sie mittels 2 mL Methanol. Achten Sie darauf, dass das Methanol in das Säulenbett eindringt und 5 Minuten inkubiert, um die Antikörper-Toxinbindung komplett aufzulösen.

Verdünnen Sie das Eluat gemäß der HPLC-Flussmitteleigenschaften für die analytische Messung.

HPLC-Laufbedingungen

Aflatoxin B/G

HPLC: Isokratisch
 Säulenofen: 36° C
 Trennsäule: RP C18 (z.B. P/N 10522)
 Flussrate: 1,2 mL/min,
 Wasser/Methanol/Acetonitril (60/30/15 (v/v/v))
 Fluoreszenzdetektion mit
 Nachsäulenderivatisierung
 (photochemisch mit UVE)
 Anregungswellenlänge: 365 nm
 Emissionswellenlänge: 460 nm

Ochratoxin A

HPLC: Isokratisch
 Säulenofen: 40° C
 Trennsäule: RP EC 125/3 nucleosil 120-3 C18
 Flussrate: 0,6 mL/min, HPLC-Wasser/Methanol/
 Acetonitril (40/55/5) + 1% Essigsäure
 Fluoreszenzdetektion ohne
 Nachsäulenderivatisierung
 Anregungswellenlänge: 335 nm
 Emissionswellenlänge: 465 nm

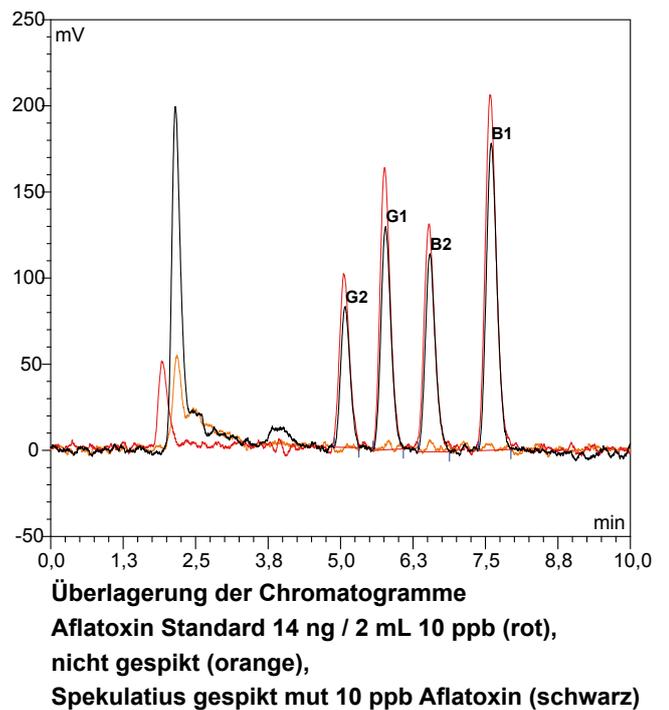
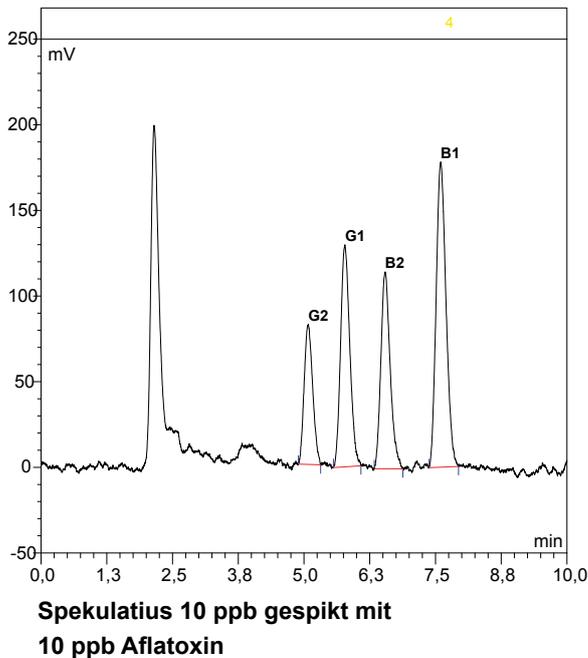
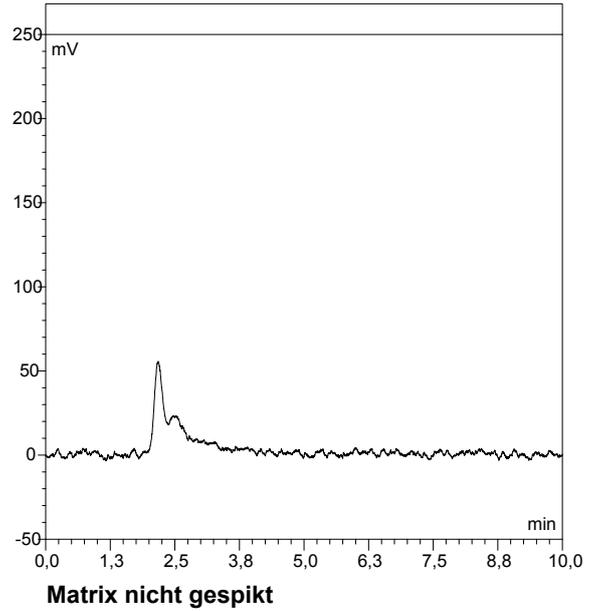
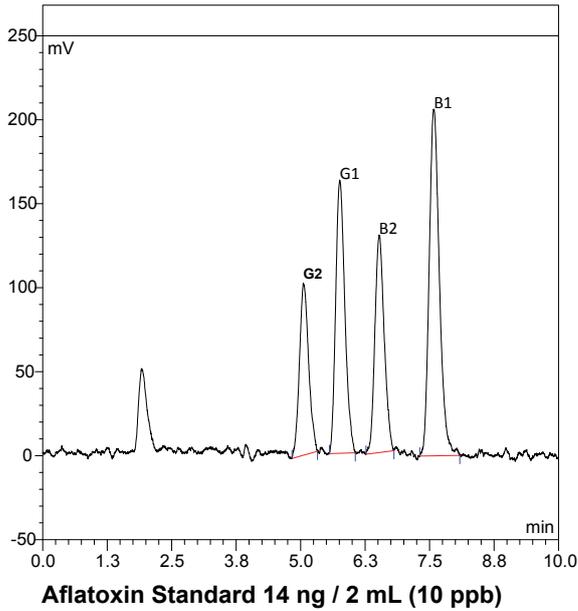
Wiederfindungen

Gehalte an Aflatoxinen B1, B2, G1, G2 und OTA in Spekulatius					
Aflatoxin	B1	B2	G1	G2	OTA
Standard*	100	100	100	100	100
Wiederfindungsrate** Spekulatius 10 ppb (10 ppb = 10 µg / kg Matrix)	90	96	89	89	99

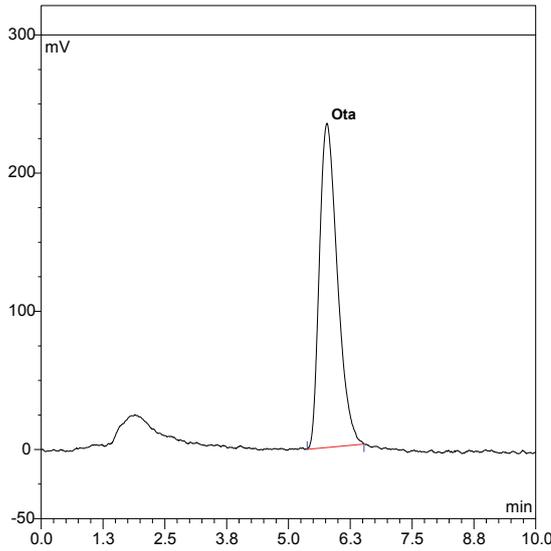
* Standard wurde = 100% gesetzt , ** korrigiert mit nicht gespikter Probe



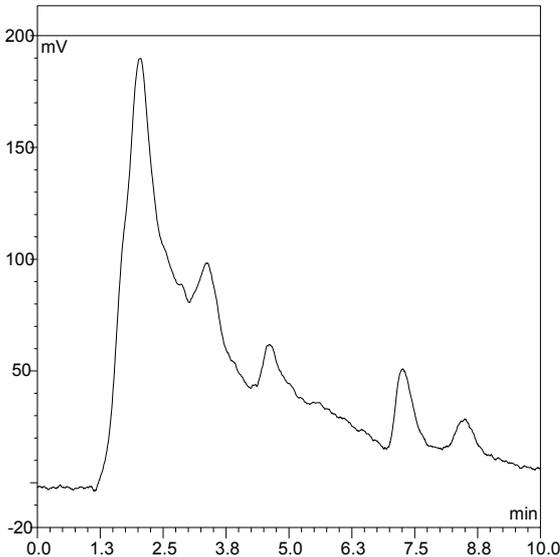
Chromatogramme



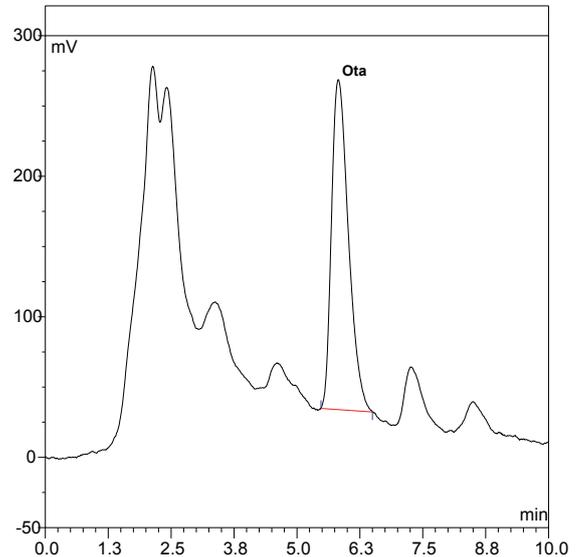
Chromatogramme



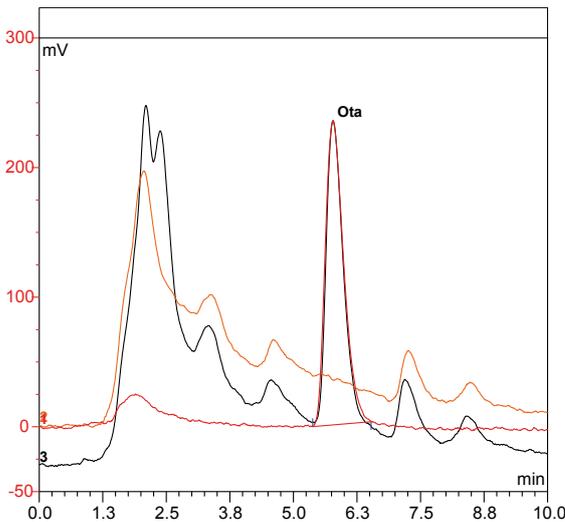
Ochratoxin A, Standard 14 ng / 2mL (10 ppb)



Spekulatius, nicht gespikt



Spekulatius, gespikt 10 ppb Ochratoxin A



Chromatogrammüberlagerung,
Standard (rot), nicht gespikt (orange)
Spekulatius, gespikt mit 10 ppb Ochratoxin A
(schwarz)

Diese LCTech Produkte kamen zum Einsatz:

Afla-OtaCLEAN,
Kombinationssäule
für Afla- und Ochratoxin

P/N 11022 / 11771

UVE,
Photochemischer Reaktor
für die Aflatoxin Analytik

P/N 10519

HPLC-Säule,
für die Mykotoxin-Analytik

P/N 10522

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