



März 2019

## Deoxynivalenol in Müsli, Mais und Hirse ~ 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](mailto:mycotoxins@LCTech.de)

### Probenvorbereitung

### MYKOTOXINE

#### Fit in den Tag starten

Ein guter Start in den Tag beginnt mit einem guten Frühstück. Viele können dabei nicht auf ihr Müsli verzichten. Die darin enthaltenen Haferflocken und Nüsse liefern dabei einige Nährstoffe, wie Ballaststoffe, damit man sich satt fühlt und ungesättigte Fettsäuren, die dem Körper viel Energie liefern – eine gute Stärkung für den Tag.

Die Hauptzutat eines jeden Müslis ist jedoch Getreide. Durch verschiedene Pilze der Gattung Fusarium kann sich im Getreide Deoxynivalenol bilden. Das Toxin spielt in der Land- und vor allem Viehwirtschaft als ökonomischer Faktor eine große Rolle, da es erhebliche Produktionsverluste verursacht. Die Aufnahme von DON kann bei Tieren zu Appetitverlust, Futterverweigerung, Erbrechen und reduziertem Wachstum führen, da die toxikologischen Symptome einer bakteriellen Infektion ähneln.\*

Aus diesem Grund sind die Höchstgehalte an Mykotoxinen gesetzlich sehr streng geregelt. Die Untersuchung von komplexeren Matrices, wie Müsli, kann allerdings oft zu einer Herausforderung werden.

\*Quelle: Bundesinstitut für Risikobewertung, Bewertung des Schimmelpilzgiftes Deoxynivalenol (DON) in Haferprodukten

#### SPE -Aufreinigungssäulen für die Analytik von Deoxynivalenol

Deoxynivalenol, auch bekannt als Vomitoxin, wird im Regelfall mittels HPLC mit UV-Detektor oder alternativ mittels HPLC mit Nachsäulenderivatisierung und anschließender Fluoreszenzmessung oder auch mittels LC/MS analysiert.

Durch eine gute Probenvorbereitung wird bei allen drei Verfahren die Standdauer des Analysystems und die Lebensdauer der HPLC-Säule erhöht und gleichzeitig werden die Störungen durch Matrixbestandteile verringert und der Probendurchsatz erhöht. Eine Vorreinigung der Probe verkürzt zusätzlich die Chromatographiezeit des HPLC-Systems um ca. die Hälfte. Vor allem bei komplexeren Matrices ist die Probenvorbereitung meist aufwendiger (Müsli).

Die von LCTech entwickelte Clean-Up Säule DONeX reinigt sowohl gängige Matrices, wie Mais, aber auch komplexere Matrices, wie Müsli, ohne zusätzliche Störungen durch die Matrix auf, womit lange Chromatographien und störende Matrixpeaks ausgeschlossen werden können. Bessere und kürzere Chromatogramme und damit eine Optimierung der Analysezeit, sind die Folge.



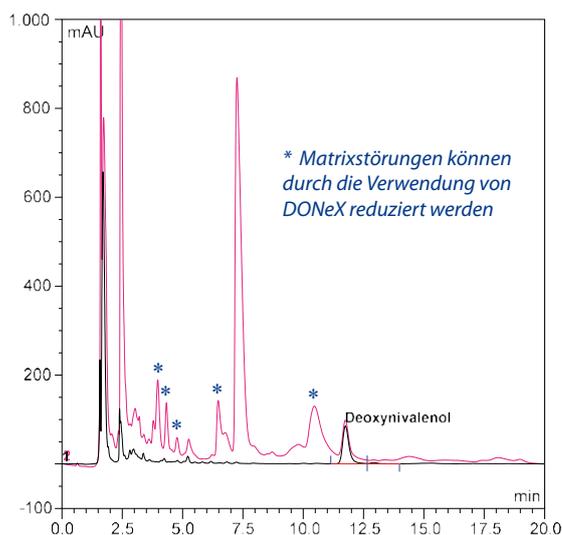
## Bearbeitungsprotokoll

Extrahieren Sie 20 g sorgfältig homogenisiertes Müsli, Mais oder Hirse mit 100 mL Acetonitril/Wasser (84/16 (v/v)). Um hohe Extraktionseffizienzen zu erzielen, führen Sie die Extraktion für 20 Minuten durch.

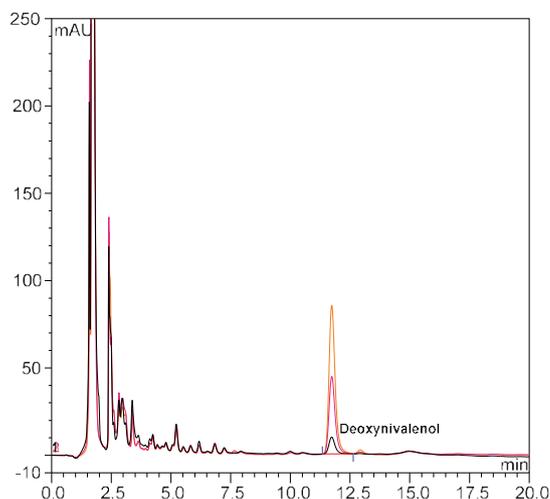
Filtern Sie den Rohextrakt durch einen Glasfaserfilter und laden Sie 20 mL der Probe auf eine DONeX Aufreinigungssäule. Fangen Sie anschließend den Durchfluss auf, welcher von Matrixinterferenzen befreit ist. Spülen Sie die Säule mit 10 mL Acetonitril/Wasser (84/16 (v/v)) und fangen Sie die Spüllösung ebenfalls auf.

Engen Sie 7,5 mL der gesammelten Proben ein (entsprechen den Äquivalenten von 1 g Matrix) ein und lösen Sie 500 µL Laufmittel (95 % Wasser; 5 % Acetonitril) zurück.

## Chromatogramme



Schwarz = 10 ppm Müsli aufgereinigt mit DONeX  
Rot = 10 ppm Müsli nicht aufgereinigt



Schwarz = 1 ppm Müsli aufgereinigt mit DONeX  
Rot = 5 ppm Müsli aufgereinigt mit DONeX  
Orange = 10 ppm Müsli aufgereinigt mit DONeX

## HPLC-Laufbedingungen (Deoxynivalenol)

Mykotoxin:	Deoxynivalenol (DON)
HPLC:	isokratisch
Säulenofen:	33°C
Trennsäule:	RP C-18 (P/N 10544)
Flussrate:	1,0 mL/min
Laufmittel:	HPLC-Wasser/ Acetonitril (95/5 (v/v))
Absorptionswellenlänge	218 nm

## Wiederfindungen

Gehalte an Deoxynivalenol  
in Hirse/ Mais/ Müsli

Mykotoxin:	Deoxynivalenol (DON)
Standard*	100
Wiederfindungsraten** Hirse, 5 ppb	100
Wiederfindungsraten** Hirse, 10 ppb	88
Wiederfindungsraten** Mais, 5 ppb	107
Wiederfindungsraten** Mais, 10 ppb	94
Wiederfindungsraten** Müsli, 5 ppb	103
Wiederfindungsraten** Müsli, 10 ppb	102

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

## Diese LCTech Produkte kamen zum Einsatz:

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

HPLC Trennsäulen RP C-18  
P/N 10522

EluVac Vakuum Manifold  
P/N 12415