



Juni 2020

Aflatoxin B/G und Ochratoxin A in Paprika- und Chilipulver ~ manuell und automatisiert für LC-MS/MS mit CrossTOX® ~

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

Probenvorbereitung

MYKOTOXINE

Paprika- und Chilipulver

Bereits die Ureinwohner Amerikas verwendeten Paprika- und Chilipulver nicht nur zum Würzen verschiedener Gerichte, sondern aufgrund des Inhaltsstoffes Capsaicin auch als gesundheitsförderndes Mittel gegen Arthrose. Auch heutzutage wird das Gewürz noch zur unterstützenden Schmerzbehandlung wie bei einem Hexenschuss oder Migräne verwendet. Der hohe Gehalt an Vitamin C kann sogar Durchblutungsstörungen verbessern.

Chili und Paprika gehören zu den am meisten aus Aflatoxin oder Ochratoxin A untersuchten Gewürzen. Sie sind anfällig für eine Infektion durch Mykotoxin produzierende Pilze in jeder Phase der Kultivierung, Ernte und Lagerung.

Multi-Mykotoxin Säule CrossTOX®

Die CrossTOX® Säulen von LCTech ermöglichen eine hocheffiziente Probenaufreinigung von regulierten und erwarteten Mykotoxinen in nur einem Arbeitsgang. Gleichzeitig verbessern sie die herkömmliche Dilute-and-Shoot Anwendung durch ein QuEChERS-basierendes Verfahren:

- ✓ Hohe Reinheit der Extrakte aufgrund eines LCTech eigenen Sorbent für hohe Matrixanreicherung; keine zusätzliche Filtration notwendig
- ✓ Signifikant weniger interner Standard benötigt durch spezielle Affinitätsmechanismen der Säulen
- ✓ Verlängerung der Reinigungs- und Wartungsintervalle Ihres LC-MS/MS Systems aufgrund der hohen Reinheit der Extrakte
- ✓ Nur eine Säule für alle Matrices



Die Säulen sind sowohl für die manuelle als auch für die automatisierte Bearbeitung geeignet.

Bearbeitungsprotokoll

Homogenisieren Sie 10 g Paprika-/Chilipulver und extrahieren Sie das Pulver durch 100 mL Acetonitril/Wasser/Essigsäure (84/15/1 (v/v)) und 50 mL n-Hexan, um etherische Öle und Fette zu entfernen. Für die Erzielung einer hohen Extraktionseffizienz, führen sie die Extraktion je nach Extraktionsgerät für mind. 10 Minuten durch.

Filtern Sie den Rohextrakt. Eine Phasentrennung zwischen n-Hexan und Acetonitril-haltiger Phase kann durch eine 5-minütige Zentrifugation bei 3000 x g beschleunigt werden. Lassen Sie 0,5 - 1 mL der unteren (n-Hexan-freien Phase) langsam durch die CrosTOX® Säule passieren, wobei Sie die gereinigte Probe mittels eines GC-Vials auffangen. Eine Menge zwischen 250 – 500 µL ist ausreichend, um eine repräsentative Probe zu erhalten, die maximal von Matrixkomponenten abgereichert ist.

Wiederfindungen

Gehalte an Aflatoxin B1, B2, G1 und G2 in Paprika-/Chilipulver

Aflatoxin	B1	B2	G1	G2
Standard*	100	100	100	100
Wiederfindungsraten** Paprika-/Chilipulver 20 ppb (B1/G1/B2/G2 (8/8/2/2)) (n=6)	106	96	105	100

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

Wiederfindungen

Gehalte an Ochratoxin A in Paprika-/Chilipulver

	Ochratoxin A
Standard*	100
Wiederfindungsrate** Paprika-/Chilipulver 20 ppb (n=6)	93

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

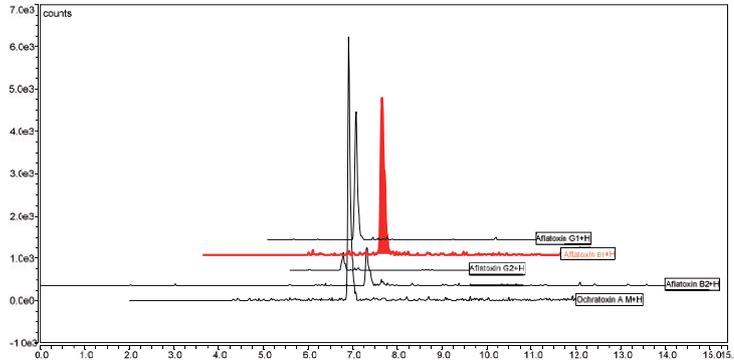
HPLC-Laufbedingungen

Aflatoxine B/G und Ochratoxin A

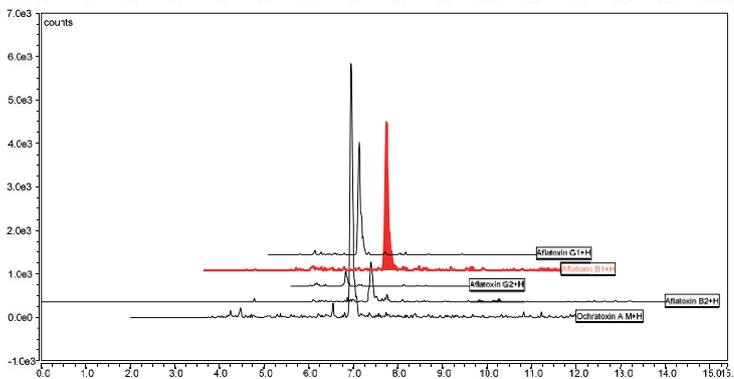
UPLC:	Gradient
Säulenofen:	38 °C
Trennsäule:	Accucore Biphenyl 100 mm x 2,1 mm; 2,6 µm mit Defender Guard
Flussrate/Laufmittel:	Eluent A): HPLC-Wasser/Methanol (98/2 (v/v)) + 1 % Essigsäure + 5 mM Ammoniumacetat Eluent B): HPLC-Wasser/Methanol (2/98 (v/v)) + 1 % Essigsäure + 5 mM Ammoniumacetat Flussrate 0,4 mL/min
Massenspektrometrie QQQ:	H-ESI (Positiv-Modus) Für alle Analyten wurden 1 Quantifier und 3 Qualifier-Ionen verwendet, die Einstellungen hängen von Ihrem MS-Gerät ab.



Chromatogramme



Standard Chromatographie der analytenspezifischen Produktionen und deren chromatographische Verteilung (Aflatoxin B1 ist rot markiert)



Chromatographie der CrossTOX® behandelten Probe (Aflatoxin B1 ist rot markiert):

Spektrum für Aflatoxin B1 und Ochratoxin A der selektierten Qualifier und Quantifier:

	m/z	Aflatoxin B1
quantifier	313.06/285.11	
qualifier	313.06/213.05	
qualifier	313.06/241.07	
qualifier	313.06/269.07	
	m/z	Ochratoxin A
quantifier	404.04/238.97	
qualifier	404.04/193.04	
qualifier	404.04/221.04	
qualifier	404.04/341.04	

- Gute, reproduzierbare Wiederfindungsrate
- Einfache Analytische Auswertung
- Geringer Arbeitsaufwand für die Probenaufreinigung und eine schnelle und zuverlässige Probenanalytik
- Reproduzierbarkeit mit geringerem Standardverbrauch
- Ohne weitere Beeinträchtigung für die MS. Robustheit der Analytik bleibt länger erhalten.

Für weitere Informationen über die automatisierte Probenaufreinigung mit dem FREESTYLE Robotiksystem besuchen Sie einfach unsere Website: www.LCTech.de.

Diese LCTech Produkte kamen zum Einsatz:

CrossTOX® Säule
P/N 17901 / 17902