



Dezember 2020

Deoxynivalenol in Weihnachtskeksen ~ manuell und automatisiert ~

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

Probenvorbereitung

MYKOTOXINE

Spekulatius und Zimtsterne

Die Vorweihnachtszeit ist angebrochen. An jeder Ecke duftet es fein nach Plätzchen, Lebkuchen und Glühwein. Die Zeit im Jahr, um zu schlemmen und zu genießen. Das Plätzchenbacken entstand vermutlich im 18. Jahrhundert und heutzutage gibt es bereits mehr als 20.000 verschiedene Sorten von Weihnachtsplätzchen. Zu den traditionellen Weihnachtsgebäcken zählen u.a. Spekulatius und Zimtsterne. Beide Plätzchensorten sind in Deutschland zur Weihnachtszeit sehr beliebt.

Spekulatius ist ein flaches Formgebäck aus gewürztem Mürbeteig. Das Gebäck scheint seinen Ursprung in Belgien oder den Niederlanden zu haben. Zimtsterne sind ein aus Schwaben stammendes Weihnachtsgebäck aus Eischnee, Zucker, Mandeln, Zimt und Mehl. Sowohl Mehl als auch Zimt können mit Mykotoxinen kontaminiert sein. Aus diesem Grund gilt für Mehl und Zimt ein Höchstgehalt an Mykotoxinen, den sie beim Import nicht überschreiten dürfen.

Deoxynivalenol Monitoring einfach gemacht

Deoxynivalenol kommt als Stoffwechselprodukt verschiedener Pilze der Gattung *Fusarium* vor, wie in Getreide, Mehlen und Teigwaren. Im Regelfall wird das Toxin mittels HPLC mit UV-Detektor oder mittels LC/MS analysiert oder auch alternativ mittels HPLC mit Nachsäulenderivatisierung und anschließender Fluoreszenzmessung.

Eine gute Probenvorbereitung ist bei allen drei Verfahren wichtig. LCTech unterstützt Sie bei der Probenvorbereitung mit der Aufreinigungssäule DONeX. Die von LCTech entwickelte Säule schließt Störungen durch die Matrix und damit verbundene lange Chromatogramme sowie störende Matrixpeaks aus. Bessere, schnellere Chromatogramme und höhere Messempfindlichkeit, ein weniger verunreinigtes Analysegerät sowie eine höhere Messspezifität sind die Folge.



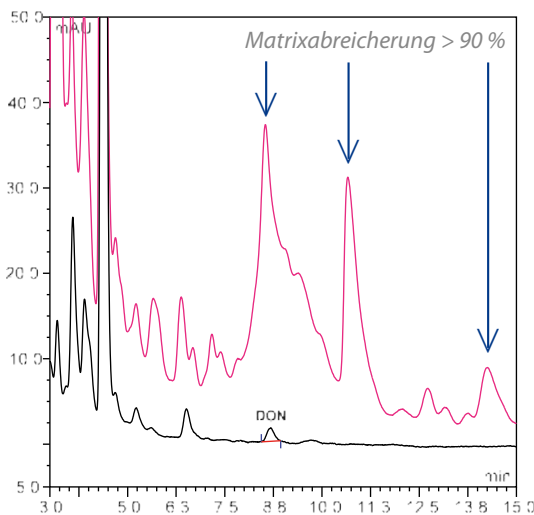
DONeX™

Bearbeitungsprotokoll

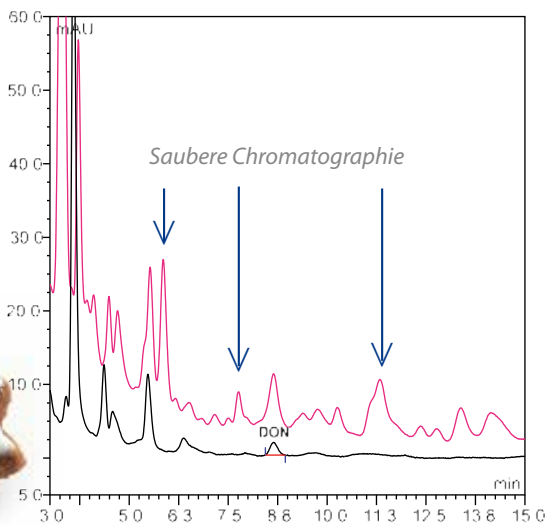
Extrahieren Sie 10 g homogenisierte Spekulatius oder Zimtsterne mit 50 mL Acetonitril/Wasser (84/16 (v/v)). Führen Sie die Extraktion für mindestens 10 - 15 Minuten durch, um optimale Extraktionseffizienzen zu erzielen. Anschließend können Sie den Extrakt bei 3000 x g für 5 Minuten zentrifugieren oder Sie filtrieren den Extrakt durch einen Faltenfilter. Laden Sie nun 20 mL des Extrakts (entspricht 4 g) auf eine DONeX Aufreinigungssäule. Fangen Sie den Durchfluss in einem 50 mL Polypropylenröhrchen auf und spülen Sie das Probenvorlagegefäß mit 10 mL Acetonitril/Wasser (84/16 (v/v)). Laden Sie die Lösung ebenfalls auf die Säulen und fangen Sie erneut den Durchfluss mit einem 50 mL Polypropylenröhrchen auf. Vermischen Sie die Lösungen.

Füllen Sie 7,5 mL (entspricht 1 g) in ein Glasröhrchen ab und engen Sie es mithilfe eines Stickstoffstroms zur Trockene ein. Geben Sie 500 µL HPLC-Laufmittel oder HPLC-Wasser dazu und lösen Sie die Toxine durch kräftiges Mischen zurück. Filtrieren Sie anschließend die Probe durch einen 0,2 µm Spritzenfilter in ein GC-Glas. Nun können Sie die Probe mit den entsprechenden Standards mittels HPLC-UV untersuchen.

Chromatogramme



Schwarz: Spekulatius (500 ppb) mit DONeX aufgereinigt
Rot: Spekulatius (500 ppb) ohne Aufreinigung



Schwarz: Zimtsterne (500 ppb) mit DONeX aufgereinigt
Rot: Zimtsterne (500 ppb) ohne Aufreinigung



Die DONeX Säulen erlauben auch die Aufreinigung der modifizierten Formen von Deoxynivalenol und Nivalenol. Hohe Matrixbelastung - bis zu 4 Gramm.

HPLC-Laufbedingungen Deoxynivalenol

HPLC:	Isokratisch
Säulenofen:	33 °C
Trennsäule:	RP C-18 (P/N 10522)
Flussrate/ Laufmittel:	1,0 mL/min; HPLC-Wasser/Acetonitril/ Essigsäure (95/5/1 (v/v/v))
Absorptions- wellenlänge:	215 nm

Wiederfindungen

Gehalt an Deoxynivalenol in Spekulatius / Zimtsterne

Mykotoxin	Deoxynivalenol
Standard*	100
Wiederfindungsrate** Spekulatius mit DONeX	100
Wiederfindungsrate** Zimtsterne mit DONeX	106

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

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