

CrossTOX® Multi-Mykotoxinanalyse für LC-MS/MS

Matrixentfernung für eine bessere Analyse



Probenvorbereitung

Mykotoxine sind allgegenwärtig und stellen ein Gesundheitsrisiko für Tiere und Menschen dar. Aufgrund falscher Lagerungsbedingungen oder klimatischer Einflüsse (hohe Luftfeuchtigkeit/Trockenheit) kann es auf dem Feld oder bei der Lagerung zu Schimmelwachstum und Mykotoxinbildung kommen. Das Vorkommen von Mykotoxinen und ihre Toxizität sind Gründe für eine strenge Regulierung, da die gesundheitlichen Auswirkungen der Aufnahme von Mykotoxinen dramatisch sein können. Getreide wird durch das Pilzwachstum auf dem Feld und die Auswirkungen des Schimmels während der Lagerung mit einer Vielzahl von Mykotoxinen kontaminiert. Matrices wie Nüsse und Kerne sind eher von Lagerschimmel befallen, weshalb Mykotoxine wie Aflatoxine oder Ochratoxin A häufiger in diesen Matrices zu finden sind. Deswegen ist eine Analyse auf alle regulierten Toxine unumgänglich und mittels der CrossTOX®

in Kombination mit LC-MS/MS eine Bestimmung und Quantifizierung möglich.

CrossTOX® - eine schnelle Methode zur Erfassung aller Mykotoxine in einer einzigen Aufreinigung

Eine mit kleinen Spritzen kompatible Kartusche ermöglicht eine schnelle und effiziente Matrixentfernung mit bester Wiederfindung für Mykotoxine, besonders geeignet für die Analyse von mehreren Mykotoxinen mittels LC-MS/MS.

- Hohe Wiederfindungsraten
- Effiziente Entfernung von Matrix-Interferenzen
- Geeignet für viele Matrices: Getreide, Nüsse, Trockenfrüchte, Futtermittel, komplexe Matrices



CrossTOX® kompatibel mit Spritze

Bearbeitungsprotokoll

Extraktion und Probenaufbereitung

20 g homogenisierte Matrix abwiegen und mit 100 mL Acetonitril/Wasser/Essigsäure (84/15/1 (v/v/v)) extrahieren. Eine Verkleinerung je nach Verfügbarkeit der Matrix ist möglich und spart Lösungsmittel. Die Extraktion wird mit Ultraturax oder einem gleichwertigen Gerät für mindestens 5 Minuten durchgeführt; je nach Extraktionsgerät kann die Extraktionszeit variieren. Der Rohextrakt wird bei 3000 x g zentrifugiert oder filtriert. Das Filtrat wird dann durch die CrossTOX®-Säule geleitet (ein Volumen von 0,5 - 3 mL kann verwendet werden). Der Durchfluss wird in einem GC-Fläschchen aufgefangen und kann analysiert werden.



LC-MS/MS Parameter

Es wurde eine Accucore Biphenyl 100 mm x 2,1 mm; 2,6 µm UPLC-Säule mit Defender Guard verwendet. Die Temperatur der Säule wurde auf 38 °C eingestellt. Elutionsmittel A): HPLC-Wasser/Methanol (98 / 2 (v/v))+ 1% Essigsäure + 5 mM Ammoniumacetat. Elutionsmittel B): HPLC-Wasser/Methanol (2 / 98 (v/v)) + 1 % Essigsäure + 5 mM Ammoniumacetat. Flussrate 0,4 mL / min.

MS-Einstellungen: beheizte ESI, 3500 V positive / 1500 V negative Ionenspannung. Temperatur der Ionentransferröhre 325 °C, Verdampfer Temperatur 350 °C. Für alle Analyten wurden mindestens drei spezifische Produktionen ausgewählt.

Zeit (min)	Eluent A (%)	Eluent B (%)	Steigung
0-2	95	5	5
2-5	15	85	5
5-11	5	95	5
11-13	95	5	5
13-16	95	5	5

	Reis	Mandeln	Getrocknete Feigen	Mais-Silage
Aflatoxin B1	99	110	96	85
Aflatoxin B2	102	102	100	105
Aflatoxin G1	98	96	115	98
Aflatoxin G2	94	104	83	75
Ochratoxin A	98	98	93	89
Sterigmatocystin	95	81	88	85
Deoxynivalenol	100			95
Fumonisin B1	104			100
Fumonisin B2	99			102
T2 toxin	82			71X
HT-2 toxin	88			70X
Citrinin	96		86	

** alle Daten gemäß den Leistungskriterien der EG 406/2001 für die Mykotoxinanalyse (nicht bestimmt, da in dieser Matrix nicht relevant) X (interner Standard zur Korrektur erforderlich)

Ergebnisse

Die Wiederfindungsraten von dotierten und natürlich kontaminierten Matrices wurden analysiert. Um die Eignung der CrossTOX®-Säule zu demonstrieren, wurden einige Matrices mit zusätzlichen Toxinen dotiert, und die natürliche Kontamination wurde ohne Dotierung gemessen und für die Berechnung der Wiederfindungsraten subtrahiert. Die Aufstockungswerte wurden entsprechend den vorgeschriebenen regulierten Grenzwerten und 50 % davon gewählt, um die Eignung der CrossTOX®-Kartuschen für die Analyse von Lebens- und Futtermitteln zu zeigen.



Fazit

CrossTOX® hat bessere analytische Ergebnisse als „dilute and shoot“ gezeigt und spart als positiven Nebeneffekt die Lebensdauer der Säule und der LC-MS/MS.

Folgende *LC*Tech products wurden eingesetzt:

17900 CrossTOX® (100 Kartuschen pro Karton)

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