



Sensitive Ochratoxin A Analyse

In geröstetem Kaffee



Die Anpassung der Grenzwerte für Ochratoxin A in Kaffee (auf 3 ppb, (EU 2022/1370, 05.08.2022)) sowie neue Werte für weitere Matrices, die seit 2022 in Kraft sind, führen zu einer notwendigen Anpassung der analytischen Messempfindlichkeit.

Eine Möglichkeit, diese Empfindlichkeit zu erreichen, wäre die Einführung der LC/MS-Analyse, was wiederum die Kapazität dieser speziellen Ressourcen für komplexere analytische Messungen verringern würde. Eine gute Alternative, um die gleiche Empfindlichkeit mit HPLC-FLD zu erreichen, ist die Probenvorbereitung mit einem ThermELUTE™, das mit entsprechenden miniaturisierten SMART IAC Säulen beladen ist.

Dies geht einher mit einem zuverlässigen, vollautomatischen Prozess von der Probe bis zum Chromatogramm, in Übereinstimmung mit den Vorschriften. Lernen Sie diese einfache, aber effiziente Vervielfachung der Empfindlichkeit um das fast 14-fache, im Vergleich zur Standard 3 mL IAC Verarbeitung kennen.

Produkt-Highlights

Ochratoxin A Analytik mit hoher Messempfindlichkeit und niedrigen Kosten für analytische Geräte, schnell, präzise mit der OtaCLEAN™ Smart Säule und dem FREESTYLE ThermELUTE™:

- 24/7 Probenaufarbeitung
- Reproduzierbare Aufreinigung durch parametrierbare Programme
- Schnell vom Rohextrakt zum Chromatogramm in 20 Minuten
- Höchste Messempfindlichkeit
- Flexibilität in der Applikationswahl (Aflatoxine / Ochratoxin A / Zearalenon)
- Geeignet für alle Arten von Matrices (Futtermittel bis Babynahrung)

Bearbeitungsprotokoll

Versetzen Sie 20 g Kaffeepulver mit 2 g Natriumchlorid, 100 mL Methanol/Wasser (80/20) und 50 mL n-Hexan und mischen diese für 10 Minuten. Filtrieren Sie den Rohextrakt und zentrifugieren Sie bei 3000 x g, um die Phasentrennung zu optimieren. Die untere (n-Hexanfreie) Phase wird weiter verwendet. Verdünnen Sie 2 mL mit 12 mL (PBS-Puffer, 8 % Tween20) und überführen diesen in ein Probengefäß. Positionieren Sie die Probe im FREESTYLE und lassen Sie die folgenden Schritte vollautomatisch ablaufen, ohne eingreifen zu müssen: Es werden 2,8 mL auf eine OtaCLEAN™ SMART-Säule geladen. Die Säule wird mit 2 mL wässriger Waschlösung gespült und anschließend das Toxin vollautomatisch durch Wärmebehandlung in die ThermELUTE™ HPLC-Probenschleife zur chromatographischen Trennung überführt.



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



Parameter

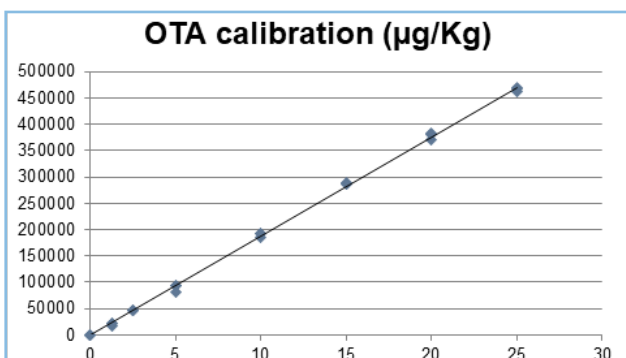
Geräteparameter (FREESTYLE)	
Ladegeschwindigkeit	1.5 mL/min
Ladevolumen	2.8 mL
Waschgeschwindigkeit	1.5 mL/min
Waschvolumen	2 mL
Elutionsmittel	HPLC-Wasser (98°C, 6 Minuten)
Elutionsgeschwindigkeit	1.5 mL/min
Elutionsvolumen	810 µL

Chromatographische Parameter	
HPLC	isokratisch
Säulenofen	40°C
Trennsäule	RP EC 125/3 nucleosil 120-3 C18
Flussrate	0.6 mL/min
Laufmittel	HPLC-Wasser/Methanol/Acetonitril (40/55/5)+1% Essigsäure
Fluoreszenzdetektion	ohne Derivatisierung
Anregungswellenlänge	335 nm
Emmissionswellenlänge	465 nm

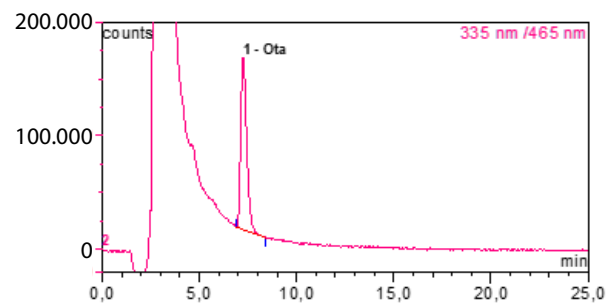
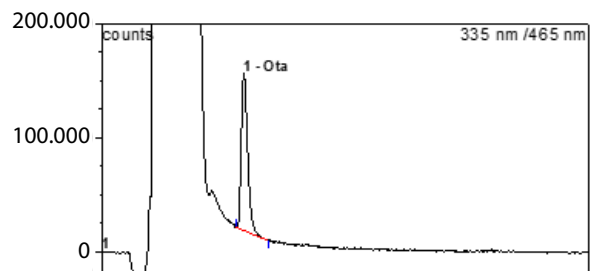
Ergebnisse

Die Linearität der Kalibrierung durch die OtaCLEAN™ SMART ergibt eine hohe konsistente Korrelation (0,9992). LOD / LOQ wurden für die Matrix Kaffee mit 0,048 ppb bzw. 0,144 ppb berechnet. Zur Bestimmung von LOD und LOQ wurden weitere Kalibrierungspunkte hinzugefügt. Die Ergebnisse der Kaffeeproben, deren Gehalt bei Durchführung der Analysen nicht bekannt waren, korrelieren sehr gut mit denen, die in einem offiziellen Labor ermittelt werden konnten.

Die Ergebnisse der Analysen lagen nach Abschluß der Kalibrierung innerhalb von 20 Minuten nach Probenstart vor. Dies erlaubt eine schnelle reproduzierbare und empfindliche Analyse über einen sehr weiten Bereich der Kontamination.



Kaffeeprobe	OTA [ppb]	Referenzwerte [ppb]
A	0,38	0,36
A	0,39	0,36
A	0,37	0,36
B	0,80	0,77
B	0,74	0,77
C	0,16	<0,2
C	0,13	<0,2



Röstkaffee (0,5 ppb), analysiert mit FREESTYLE ThermELUTE™ & OtaCLEAN™ SMART

Fazit

Die Kombination aus der OtaCLEAN™ SMART und der automatisierten Probenvorbereitung ermöglicht eine schnelle, reproduzierbare, konsistente und empfindliche Analytik von Ochratoxin A in Kaffee, aber auch in anderen Matrices. Hoher Probendurchsatz, um eine effiziente und zeitnahe Qualitätskontrolle zu ermöglichen und somit die Produktionskosten und analytischen Kosten auf ein Minimum zu senken.

Folgende LCTech Produkte wurden eingesetzt:

13351 OtaCLEAN™ SMART
 12668 FREESTYLE SPE
 13691#AB ThermELUTE™