

# Der Tod im Brot

Adaption einer Methode zum Screening von Mutterkornalkaloiden (Ergotalkaloiden) unter Einsatzbedingungen mittels HPLC-FLD

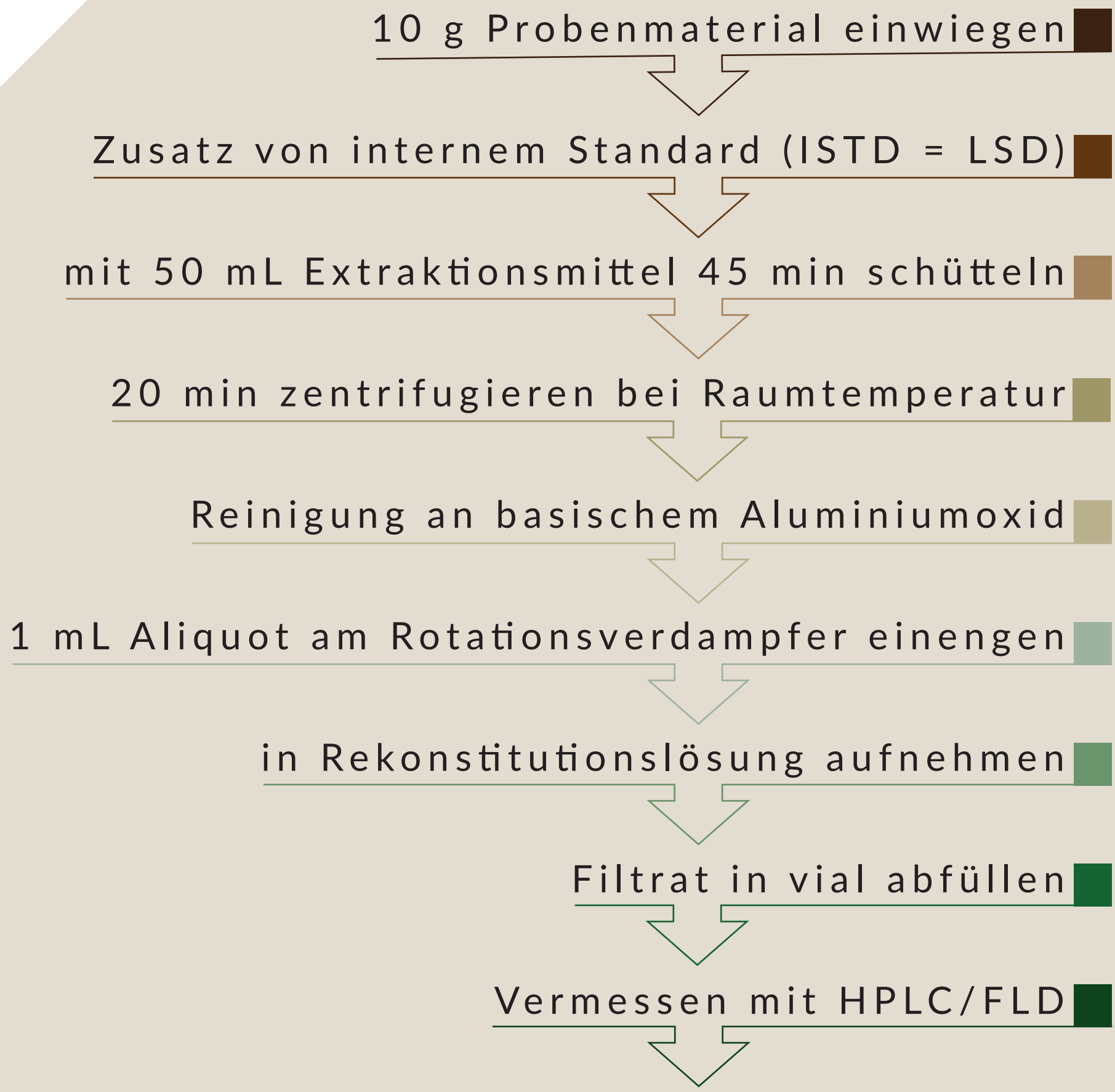
von B. Slabik & L. Plato, ZInstSanBw München, Abt. B, Ingolstädter Landstr. 102, 85748 Garching

## Hintergrund:

Ergotalkaloide sind natürlich vorkommende Stoffe, die vom Mutterkornpilz gebildet werden, welcher verschiedene Getreidearten befallen kann. Mutterkornalkaloide haben früher immer wieder zu epidemieartigen Ausbrüchen zu vielen Todesfällen geführt und konnten seither fast vollständig durch technologische Verfahren in modernen Getreidemöhlen vermieden werden. Die starke Toxizität verursacht nicht nur körperliche, sondern auch psychische Symptome. Diese Wirkung macht man sich auch in Medikamenten und illegalen Drogen wie dem LysergSäureDiethylamid zu nutze. Da man u. U. im Einsatz dazu gezwungen ist, Getreideprodukte zu nutzen, die vor Ort hergestellt wurden und somit nicht den Standards der EU unterliegen, ist die Möglichkeit der Untersuchung auf Ergotalkaloide vor Ort anzuraten.

## Aufarbeitung und Untersuchungsmethode:

Eine bereits bestehende Methode des ZInstSanBw München zur Bestimmung von Ergotalkaloiden mit hochsensiblen Geräten und sehr geringen Bestimmungsgrenzen soll an die Einsatzgegebenheiten angepasst werden. Da im Einsatz verfügbare Getreidemehle keiner weiteren Vorbereitung bedürfen, sind sie prädestiniert für eine Prüfung auf eine etwaige Belastung der daraus entstehenden Backwaren mit Ergotalkaloiden. Die Aufarbeitungsmethode ist im nebenstehenden Fließschema ersichtlich.



Methodenparameter	
Autosamplertemperatur:	5° C oder Raumtemperatur
Injektionsvolumen:	20 µL
Fließmittel:	Ammoniumhydrogencarbonatpuffer und Acetonitril (mit Gradient)
Flussrate:	0,3 - 0,6 mL/min
HPLC-Säule:	4,6-Phenyl-Hexyl, l = 100 mm, ø 3 µm, bei Temp: 30° C
Detektion:	Fluoreszenzdetektor mit λ <sub>ex</sub> 245 nm und λ <sub>em</sub> 430 nm
Laufzeit:	40 min

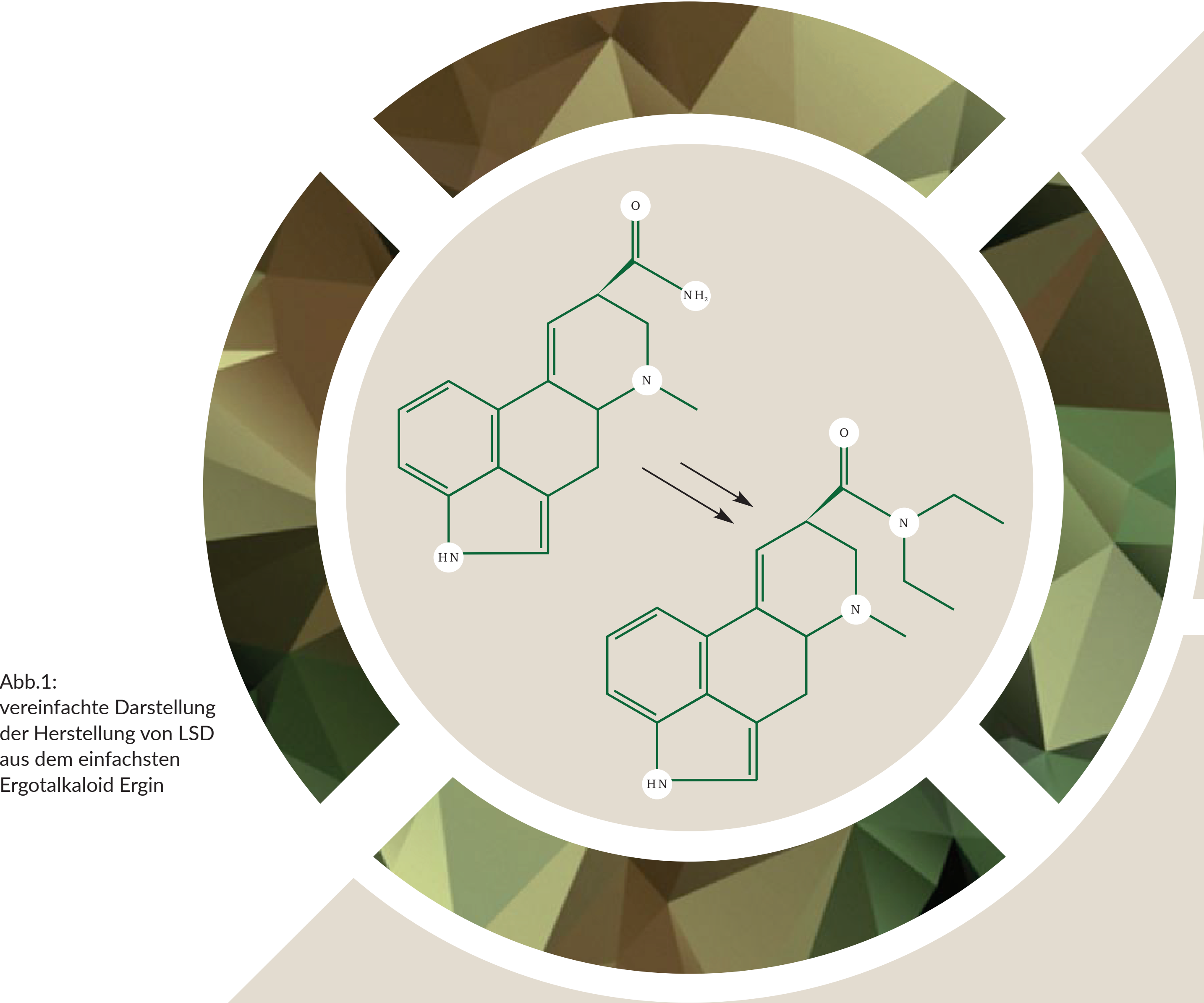


Abb.1: vereinfachte Darstellung der Herstellung von LSD aus dem einfachsten Ergotalkaloid Ergin

## Auswertung:

Die Auswertung der Einzelstoffe erfolgt mit Hilfe der zuvor erstellten Kalibriergeraden (Bestimmtheitsmaß R<sup>2</sup> von 0,996 bis 0,997 ungekühlt und R<sup>2</sup> von 0,998 bis 0,999 bei Kühlung) der betreffenden, ausgewählten Ergotalkaloide (Beispiel des Levels 5 siehe Abb. 2). Die Werte sind auf den internen Standard (LSD) bezogen. In der Gegenüberstellung von Ergebnissen der Messung mit gekühlten und ungekühltem Probengeber sind teils deutliche Unterschiede in der Wiederfindung zugunsten der Kühlung zu beobachten (siehe Abbildung 4).

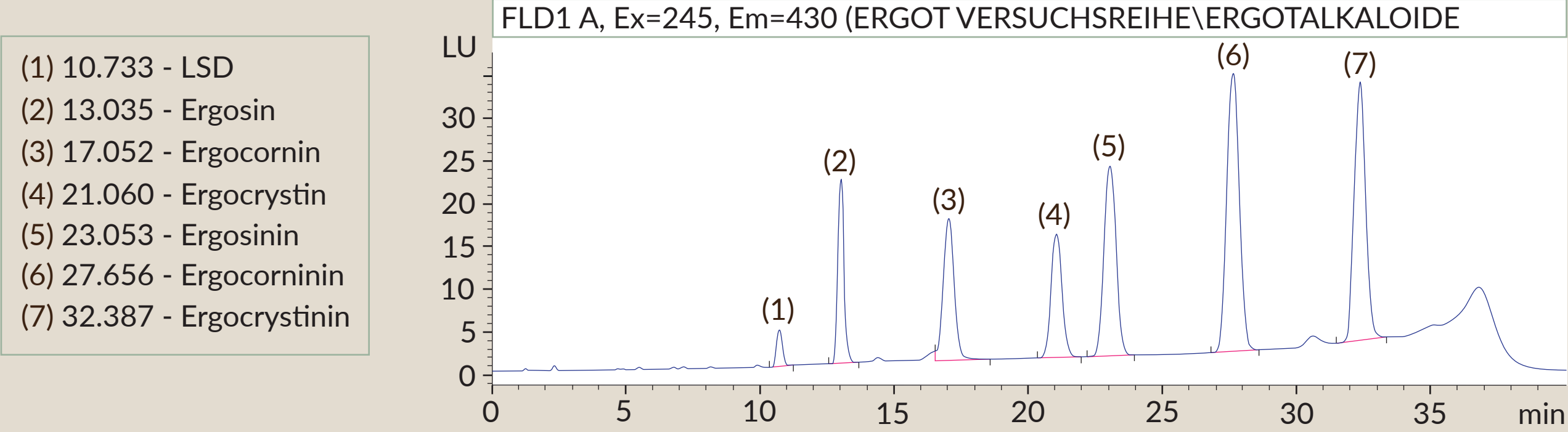


Abb. 2: Beispielchromatogramm einer Kalibration (ungekühlt)

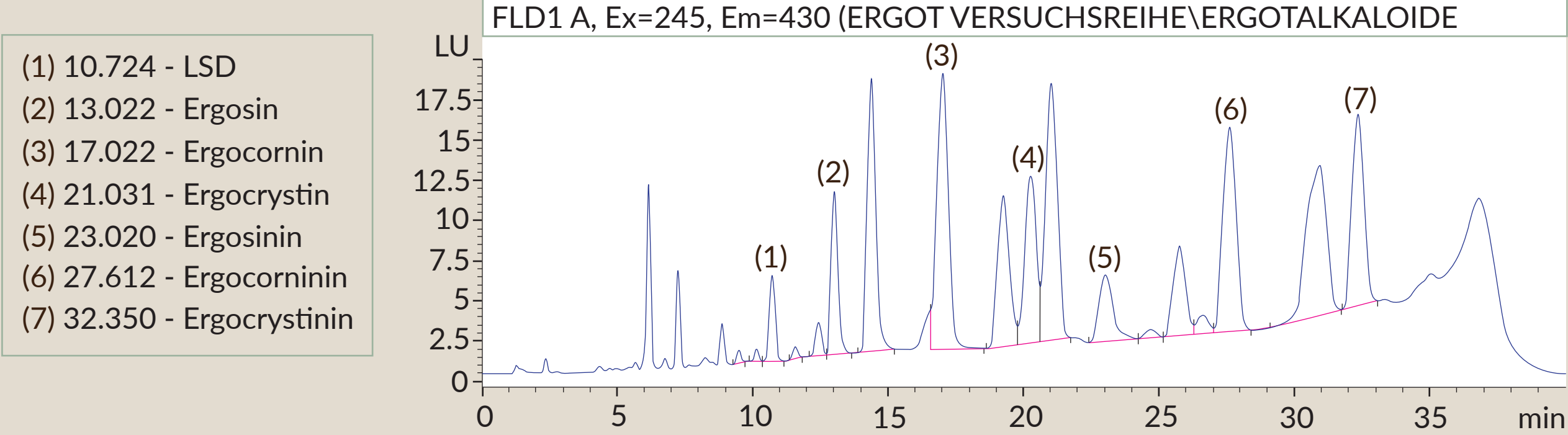


Abb. 3: Beispielchromatogramm einer Referenzprobe (ungekühlt)

## Vergleich:

Der Vergleich von Wiederfindungsraten ist hier ersichtlich. Dazu wurden pro Ansatz („ungekühlt“ und „Probengeber gekühlt“) 5 Proben mit der Markersubstanzmischung versehen und vermessen und mit je einer Kontrollprobe verglichen. Die Fehlerbalken am oberen Ende der Säulen stellen graphisch die prozentuale Standardabweichung (rel. SD) innerhalb der Messreihe dar.

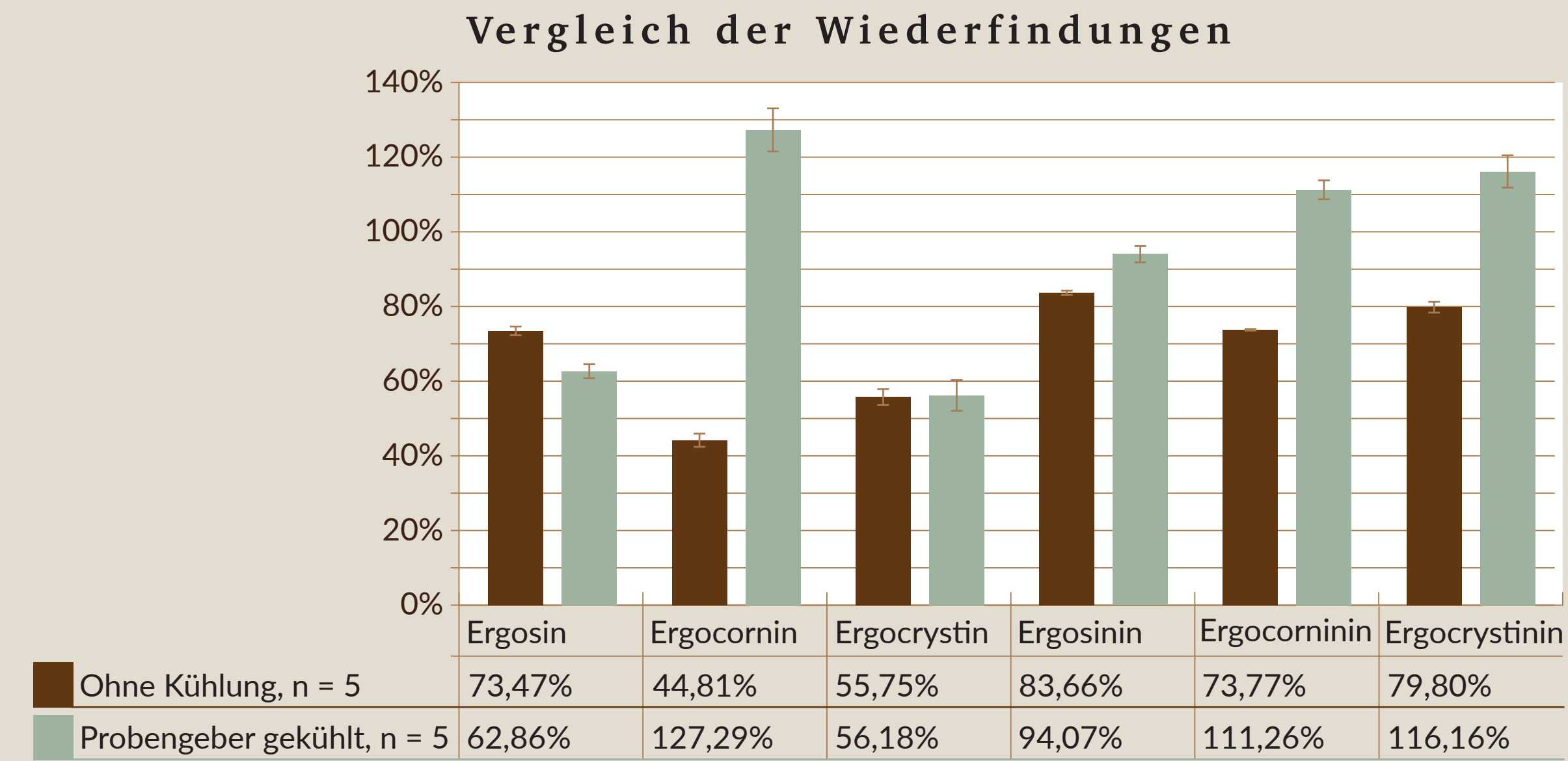


Abb. 4: Gegenüberstellung der Wiederfindungsraten, abhängig von der Probenbehandlung

## Fazit:

Die bereits am ZInstSanBw München etablierte Methode zur Ergotalkaloidbestimmung kann auch mit im Einsatz verfügbaren Materialien und Geräten durchgeführt werden. Für eine risikobasierte Abschätzung eines potentiellen Ergotalkaloidbefalls von Mehl ist die Methode zurzeit trotzdem nur bedingt geeignet, da die Ergebnisse ohne Kühlung des Probengebers nicht die erhofften hohen Wiederfindungen erreichen. Diese hätten den Charme, dass gegebenenfalls erhöhte Gehalte an Ergotalkaloiden in jedem Fall sicher erkannt werden. Um dies zu gewährleisten, scheint eine Kühlung des Probengebers äußerst vorteilhaft. Die Nachrüstung der im Einsatz befindlichen HPLC mit einem Kühlmodul ist somit angebracht. Erst dann kann ein effektives Screening von Getreideprodukten im Einsatz sinnvoll etabliert werden.

zukünftig verwendbar  
im Einsatz

