

myco-DES: Mykotoxin-Bestimmung in verschiedenen Lebensmitteln mittels *dried extract spots* und SIVA-LC-MS/MS

K.M. Schlegel & P.W. Elsinghorst

Ziel und Methode

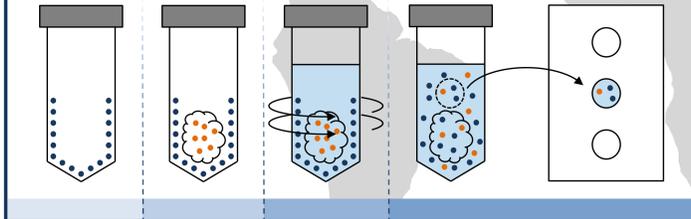
Auf Filterpapier getrocknete Lebensmittelextrakte versenden und später analysieren? In der Blutanalytik ist dieses Verfahren mittlerweile weit verbreitet, denn sog. *dried blood spots* (DBS) bieten neben kleinen Probenvolumina und geringen Kosten für Lagerung und Transport eine hohe Stabilität. Darüber hinaus wird durch das Zurückhalten störender Matrixbestandteile eine Aufreinigung erzielt [1,2].

Die Vorteile der DBS-Analytik sind auf Lebensmittelextrakte übertragbar. So wird es möglich, Proben zur Mykotoxin-Bestimmung an entlegenen Orten aufzuarbeiten und zur Quantifizierung an ein Labor zu senden. Mittels SIVA-LC-MS/MS-Kopplung stellt selbst die Spurenanalytik kein Hindernis dar.

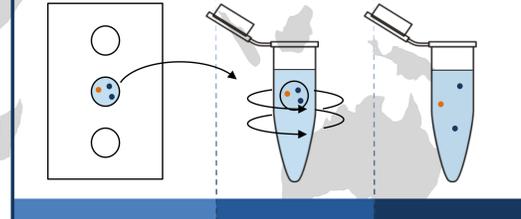
¹³C-Standards

Die Probenröhrchen sind mit lyophilisierten U-¹³C-markierten internen Standards • bereits vorbeschickt.

Probenaufarbeitung



Quantifizierung



SIVA-LC-MS/MS

Quantifizierung
• = Aflatoxin (AF) B₁, B₂, G₁ und G₂, Ochratoxin A (OTA), Deoxynivalenol (DON).

Probeneinwaage

Mit einer Löffelwaage wird die homogenisierte Probe hinzugegeben.

Extraktion

Bei der QuEChERS-basierten Extraktion [3,4] genügen 5 min manuelles Schütteln und Stehenlassen über Nacht.

Fixierung (DES)

10 µL des Rohextrakts werden mit einer Glaskapillare auf die DES-Karte aufgetragen.

Stanzung

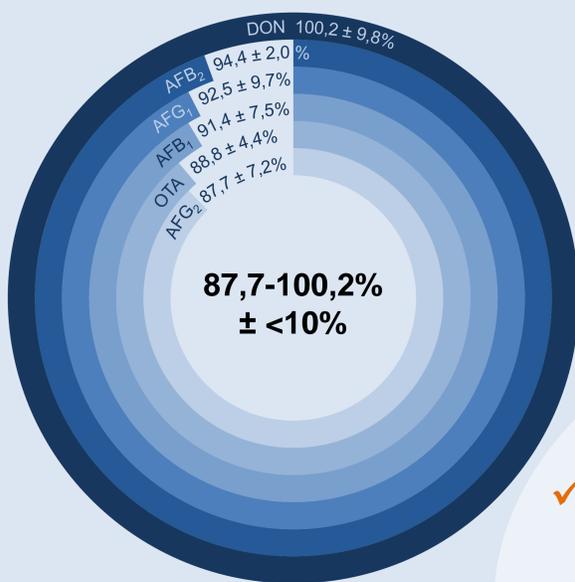
Im Labor wird die Mitte des Spots ausgestanzt und in ein Safe Lock-Tube überführt.

Re-Extraktion

Mit dem Fließmittel der LC-Methode werden die Analyten von der DES-Karte wieder in Lösung gebracht. Dies ist auch automatisiert durchführbar, wobei die Stanzung entfällt.

Ergebnisse

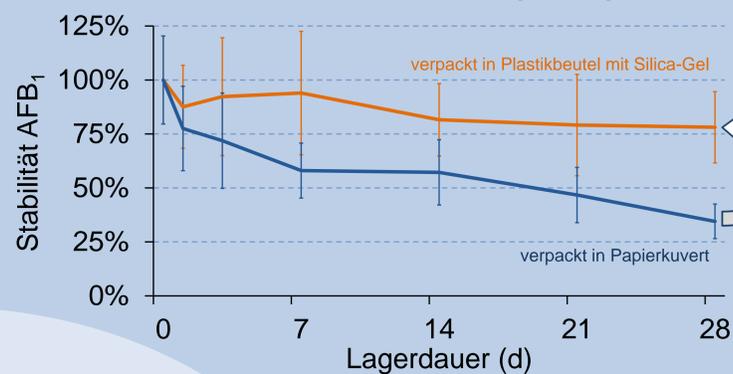
Wiederfindung der Analyten nach Re-Extraktion



Bestimmung der Wiederfindung nach Auftrag dotierter Fruchtemüsli-Matrix auf die DES-Karte und sofortiger Re-Extraktion.

- ✓ Reproduzierbare Re-Extraktion
- ✓ Hohe Wiederfindung der Analyten

Stabilität der Analyten während Lagerung bei subtropischem Klima

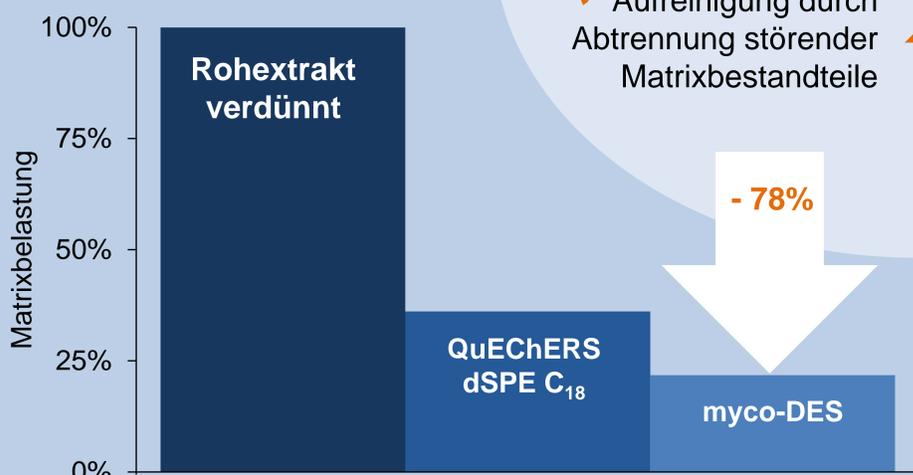


Starke Verbesserung der AF-Stabilität durch Schutz vor Feuchtigkeit

Bestimmung der Stabilität der Analyten auf den DES-Karten bei Lagerung über 4 Wochen bei 30 °C und 65% rel. Luftfeuchte anhand dotierter Fruchtemüsli-Matrix.

- ✓ Ausreichende Stabilität auch bei subtropischem Klima

Reduktion der Matrixbelastung

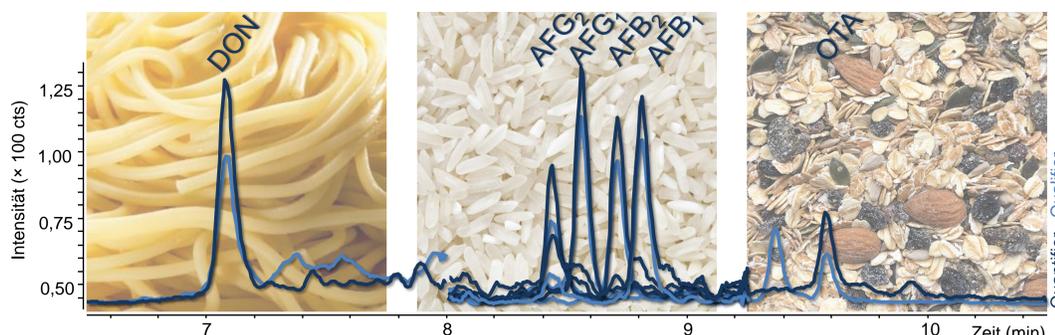


- ✓ Aufreinigung durch Abtrennung störender Matrixbestandteile

Vergleich der Matrixbelastung im Rohextrakt (Fruchtemüsli), nach Aufreinigung mittels dSPE (klassisches QuEChERS-Verfahren) und nach Re-Extraktion von der DES-Karte (myco-DES-Verfahren) anhand des UV/vis-Spektrums (Integral über 200-800 nm).

Validierung anhand verschiedener getreidebasierter Matrices

- Einfaches und robustes Verfahren
- Überprüfung der Höchstmengen möglich
- Aufarbeitung ohne Laborausstattung
- Verluste vollständig kompensiert durch SIVA



Quantifizier Qualifizier

Literatur: [1] Meesters & Hooff, *Bioanalysis*. 2013, 5, 2187–2208. [2] Demirev, *Anal. Chem.* 2013, 85, 779–789. [3] DIN EN 17279:2018-08 (Entwurf) [4] Anastassiades et al., *J. AOAC Int.* 2003, 86, 412–431.

