

# Prominence-i ile Buğdayda Nivalenol ve Deoxynivalenol Analizi



**Yü. Kim. Ozan Halışçelik**  
ANT TEKNİK  
Aplikasyon Uzmanı

**N**ivalenol ve Deoksinivalenol (DON, vomitoksin) Fusarium mantarı tarafından üretilen mikotoksin türleridir. İnsanlar ve hayvanlar için yüksek toksisiteye sahip olabilen mikotoksinler, gıda üretiminin bütün basamaklarında, üretim sonrası depolama aşamasında ortaya çıkabilir ve bunun da ekonomi, gıda güvenliği ve insan sağlığı açısından oldukça kritik sonuçları olabilir.

Ürünün hasat, depolama ve üretim aşamalarında kontrol

altında tutulup küflerin gelişimini engellemek ve bütün bu aşamalar sırasında üründe mikotoksin varlığını takip etmek çok önemlidir. Bu ise ancak hassas, güvenilir ve nispeten düşük maliyetli analiz yöntemleri ile mümkün olabilir.

Bu içerikte, buğday, arpa ve mısır gibi ürünlerde ortaya çıkabilen Nivalenol ve Deoksinivalenol mikotoksinlerinin Prominence-i yeni nesil HPLC sistemi ile analizi yer almaktadır.

Yeni Prominence-i cihazının dedektöründe hem akış hücresi hem de optik sistem için bir sıcaklık kontrol fonksiyonu bulunmaktadır. Burada, çevresel sıcaklık dalgalanmalarına nedeniyle kısa dalgaboyu aralığında UV dedeksiyonun hassasiyet göstermesine rağmen iyi tekrarlanabilirlik elde edilmiştir.

**Tablo 1** Analitik Koşullar

Cihaz	: HPLC
Model	: Shimadzu Nexera Prominence-i
Kolon	: Shimpack GIS C-18 (5µm, 250x4.6mm ID)
Mobil Phase A	: Water/Acetonitrile/Methanol = 90/5/5 (v/v)
Mobil Phase B	: Acetonitrile/Methanol = 50/50 (v/v)
Sıcaklık Programı	: B Kons. 0 % (0-20 dk) -> 50 % (20.01 - 25 dk) -> 0 % (25.01 - 45)
Sıcaklık Programı	: 1.0 ml/dk
Kolon Sıcaklığı	: 40 C
Enjeksiyon Hacmi	: 10 µL
Dedeksiyon	: UV 220 nm (Hücre sıcaklığı 45 C)

**Tablo 2** Tekrarlanabilirlik (0.1 ppm, n=6)

	R.T. % RSD	Alan %RSD
Nivalenol	0.09	0.68
Deoksinivalenol	0.06	0.76



## Standart Karışımın Analizi

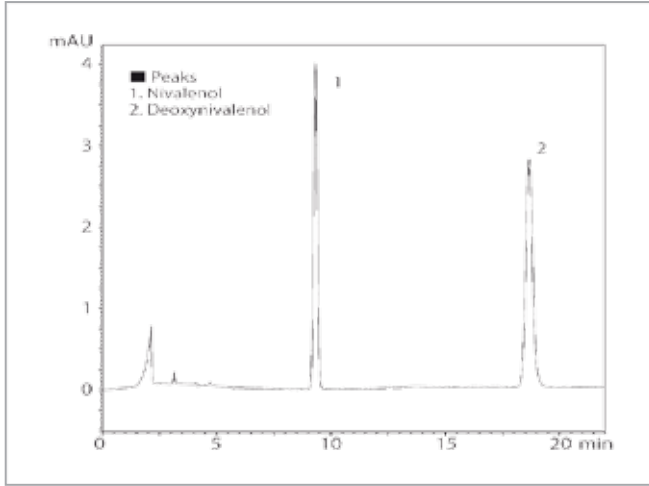
Şekil 1, nivalenol ve deoksinivalenol standart karışımının (herbiri 4.0 ppm), 10 µl enjeksiyon kullanılarak gerçekleştirilen analizini göstermektedir. Tablo 1 kullanılan analitik koşulları içermektedir. Test metodunda izokratik analiz tanımlanmakta, ancak deoksinivalenol elüsyonundan sonra bir yıkama işlemi eklenmiştir.

Prominence-i standart olarak bir düşük basınç gradient ünitesi içermekte olduğundan, hedef bileşiklerin elüsyonu sonrasında, yüksek organik solvent içerikli bir mobil faz kolaylıkla sisteme pompalanabilmektedir.

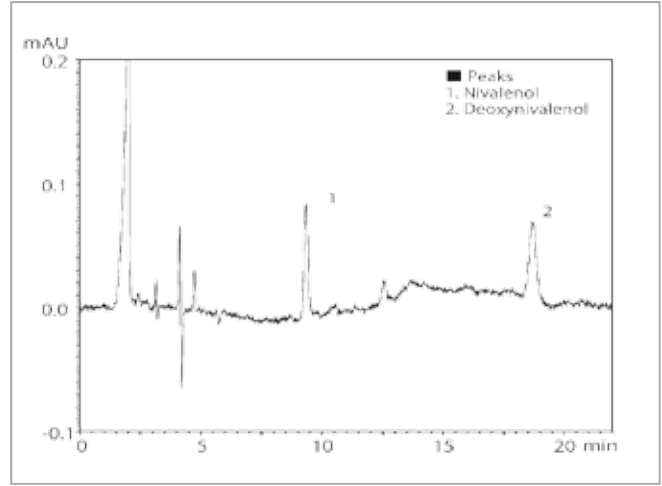
0.1 ppm'lik standart çözeltinin altı tekrarlı analizi gerçekleştirilmiştir. Her iki bileşik için de peak alanının Relatif Standart Sapma (% RSD) ve elde edilen alıkonma zamanları Tablo 2'de gösterilmekte ve kromatogram Şekil 2'de yer almaktadır.

## Kalibrasyon Eğrisi Linearitesi

Şekil 3, Tablo 1'in koşulları kullanılarak gerçekleştirilen analize ait kalibrasyon eğrilerini göstermektedir. 0.1 - 4 ppm aralığındaki bir konsantrasyon aralığında R<sup>2</sup> değeri 0.9999 olarak belirlenmiştir.



Şekil 1. Standart çözeltiye ait kromatogram (her biri 4.0 ppm)

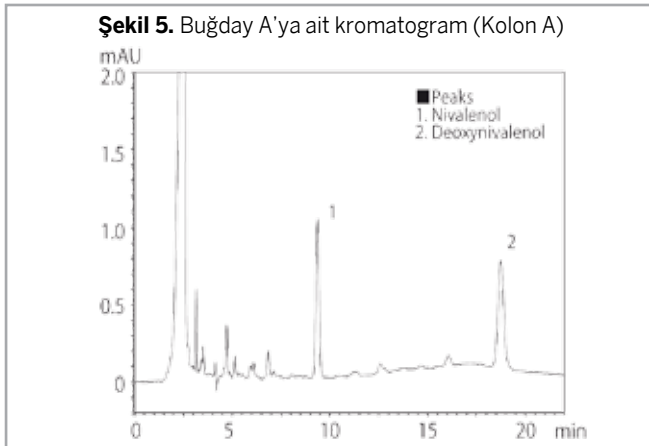


Şekil 2. Standart çözeltiye ait kromatogram (her biri 0.1 ppm)

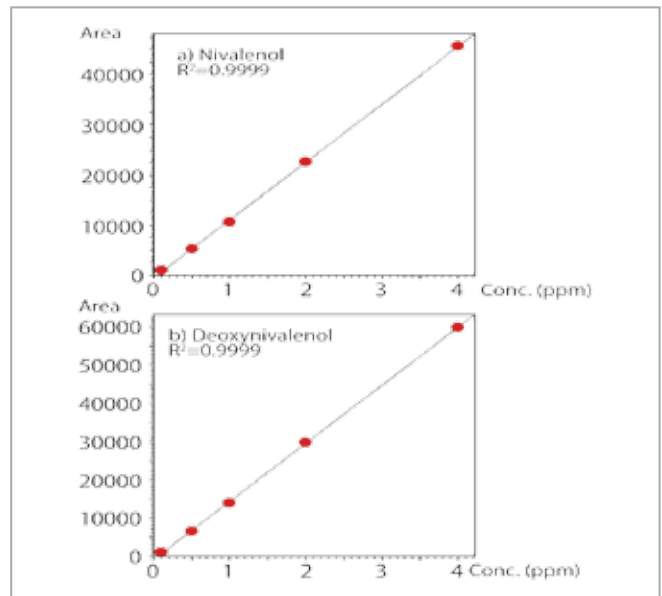
### Buğday Numunesinin Analizi

Şekil 4, buğday için uygulanan numune hazırlığı adımlarını göstermektedir. İki çeşit buğday için saflaştırma iki farklı tür çoklu fonksiyonlu kolon kullanılarak gerçekleştirilmiştir.

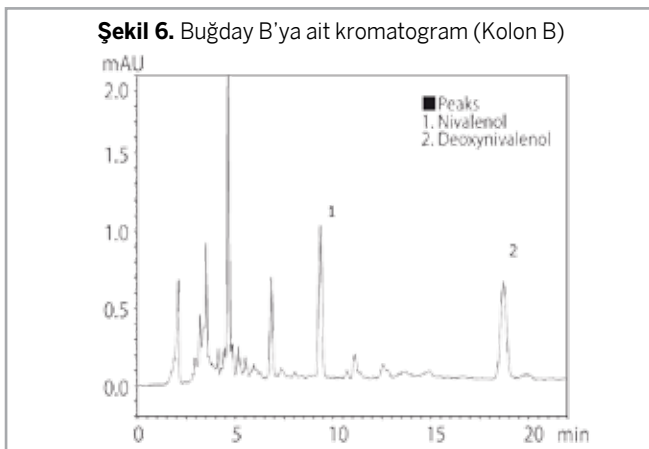
Sonuçlar Şekil 5 ve Şekil 6'da gösterilmektedir. Burada, numune çözeltisine nivalenol ve deoksinivalenol spike edilmiş ve 1.0 ppm'lik konsantrasyonlar elde edilmiştir.



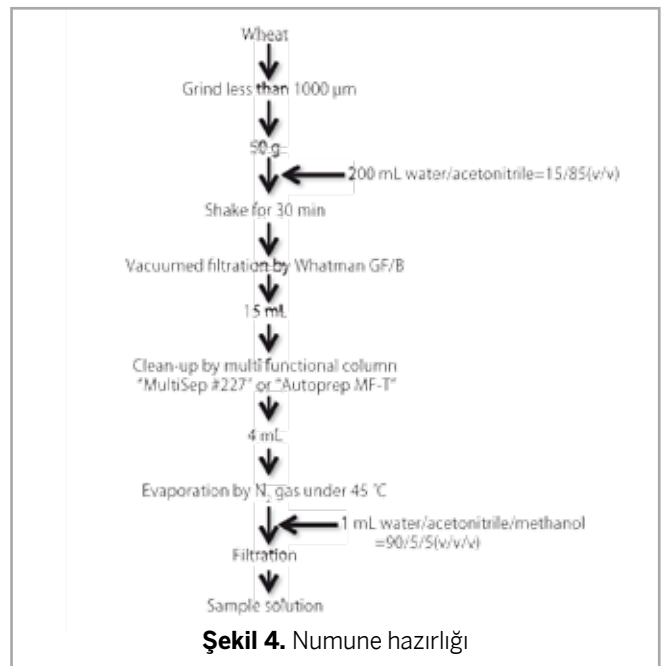
Şekil 5. Buğday A'ya ait kromatogram (Kolon A)



Şekil 3. Kalibrasyon Eğrilerinin linearitesi



Şekil 6. Buğday B'ya ait kromatogram (Kolon B)



Şekil 4. Numune hazırlığı

### KAYNAKÇA

Shimadzu Aplikasyon Bülteni No. L484 Analysis of Nivalenol and Deoxynivalenol in Wheat Using Prominence-i