

INHALTSVERZEICHNIS

INHALTSVERZEICHNIS	I
TABELLENVERZEICHNIS.....	V
ABBILDUNGSVERZEICHNIS	VII
ABKÜRZUNGSVERZEICHNIS	IX
1 EINLEITUNG	1
2 SCHRIFTTUM.....	3
2.1 Allgemeines zu Zearalenon	3
2.2 Physikalisch-chemische Eigenschaften von Zearalenon	3
2.3 Bildung und Vorkommen von Zearalenon	5
2.4 Toxizität und Risikobewertung von Zearalenon.....	7
2.5 Metabolismus von Zearalenon nach oraler Aufnahme.....	13
2.6 Carry over von ZEA	16
2.7 Analytik von ZEA	17
2.7.1 Extraktion und Aufreinigung.....	17
2.7.2 Biologische Nachweisverfahren	22
2.7.3 Physikalisch-chemische Nachweisverfahren.....	22
2.7.3.1 Dünnschichtchromatographie	22
2.7.3.2 Flüssigkeitschromatographie (LC), Hochdruckflüssigkeitschromatographie (HPLC) und Massenspektrometrie (MS) ..	24
2.7.3.3 Gaschromatographie.....	30
2.7.4 Immunologische Verfahren	31
2.8 Informationen über die untersuchten Produktgruppen.....	35
2.8.1 Pflanzliche Speiseöle	35
2.8.1.1 Herstellung.....	37

2.8.1.2	Vorkommen von ZEA in Speiseölen	39
2.8.2	Sahne	44
2.8.2.1	Herstellung.....	45
2.8.2.2	Vorkommen von ZEA in Sahne und Sahneerzeugnissen....	45
2.8.3	Kakaohaltige Milchmischgetränke und Schokoladendesserts.....	45
2.8.3.1	Allgemeines über Kakao	45
2.8.3.2	Herstellung und Kakaogehalte von kakaohaltigen Milchmischerzeugnissen und Schokoladendesserts.....	48
2.8.3.3	Mykotoxine in Kakao.....	50
2.9	Gesetzliche Grundlagen für Höchstgrenzen für ZEA in Deutschland und der Europäischen Union	53
3	MATERIAL UND METHODEN	56
3.1	Materialien und Geräte	56
3.1.1	Mykotoxinstandard	56
3.1.2	Puffer und Lösungen.....	56
3.1.3	Immunreagenzien.....	57
3.1.4	Chemikalien und Biochemika	58
3.1.5	Geräte und Hilfsmittel.....	59
3.1.6	Enzymimmuntests.....	60
3.1.7	Hochdruckflüssigkeitschromatographie.....	60
3.1.8	Probenmaterial.....	61
3.2	Methoden	63
3.2.1	Etablierung der enzymimmunologischen Untersuchungsverfahren für den Nachweis von ZEA	64
3.2.1.1	Herstellung und Überprüfung des Toxinstandards	64
3.2.1.2	Überprüfung und Untersuchungen zur Optimierung des Testsystems für den Nachweis von Zearalenon.....	65
3.2.1.2.1	Überprüfung der Sensitivität und Reproduzierbarkeit des Verfahrens	66
3.2.2	Untersuchung von Probenmaterialien	66
3.2.2.1	Vorbereitung und Extraktion	66

3.2.2.1.1 Aufreinigung der Proben mittels C-18-Kartuschen	68
3.2.2.1.2 Aufreinigung der Proben mittels Immunaffinitäts-säulen.....	69
3.2.2.2 Untersuchung der Probenmaterialien mittels EIA	70
3.2.2.3 Untersuchung der Probenmaterialien mittels HPLC.....	70
3.2.2.3.1 HPLC-Fraktionierung.....	73
3.2.2.4 Vergleichsuntersuchungen von Schokoladendesserts mittels LC-MS/MS	73
3.2.3 Laborvergleichsstudie	74
4 ERGEBNISSE	75
4.1 Etablierung des Untersuchungsverfahrens	75
4.1.1 Überprüfung des Toxinstandards.....	75
4.1.2 Überprüfung des Testsystems für den Nachweis von ZEA	75
4.1.2.1 Sensitivität und Reproduzierbarkeit	75
4.1.3 Probenvorbereitungsverfahren.....	77
4.1.3.1 Sensitivität und Reproduzierbarkeit des Verfahrens.....	77
4.1.3.2 Lagerungsfähigkeit der Extrakte.....	80
4.1.3.3 Ergebnisse der Probenvorbereitung unter Verwendung von C-18-Kartuschen und Immunaffinitätssäulen	82
4.1.4 Untersuchung mittels HPLC zum Nachweis von ZEA.....	84
4.1.4.1 Ergebnisse der Anwendung von Methode 1 (alkalische Extraktion und IAC)	84
4.1.4.2 Ergebnisse der Anwendung von Methode 2 (alkalische Extraktion und SPE und IAC).....	86
4.1.4.3 HPLC-Fraktionierung.....	89
4.2 Untersuchung der Probenmaterialien auf ZEA mittels EIA und HPLC	89
4.2.1 Speiseöle.....	89
4.2.2 Sahne	91
4.2.3 Kakaohaltige Milchmischgetränke	93
4.2.4 Schokoladendesserts	94

4.3	Weiterführende Untersuchungen mittels LC-MS/MS.....	97
4.4	Laborvergleichsstudie	98
4.4.1	Überprüfung der Testrobustheit des enzymimmunologischen Nachweises von ZEA in Speiseölen anhand der Laborvergleichsstudie der BAM.....	101
5	DISKUSSION.....	103
5.1	Anwendbarkeit des eingesetzten EIA-Testverfahrens für ZEA	105
5.2	Anwendbarkeit der eingesetzten Aufreinigungsverfahren für ZEA	106
5.3	Methodenvergleich EIA und HPLC.....	107
5.4	Weiterführende Untersuchungen mittels LC/MS-MS.....	108
5.5	Aussagekraft der Laborvergleichsstudie	109
5.6	Vorkommen von ZEA in verschiedenen Lebensmittelgruppen	110
5.6.1	Speiseöle.....	110
5.6.2	Sahne	110
5.6.3	Kakaohaltige Milchmischgetränke	111
5.6.4	Schokoladendesserts	112
5.7	Schlussfolgerungen	112
6	ZUSAMMENFASSUNG.....	114
7	SUMMARY	116
8	LITERATURVERZEICHNIS.....	118
9	DANKSAGUNG.....	151
10	EIDESSTATTLICHE ERKLÄRUNG	152