

# Analyse mehrkerniger aromatischer Kohlenwasserstoffe in Lebensmitteln

Mittels Triple-Quadrupol-GC/MS/MS: Bestellinformation für Verbrauchsmaterialien



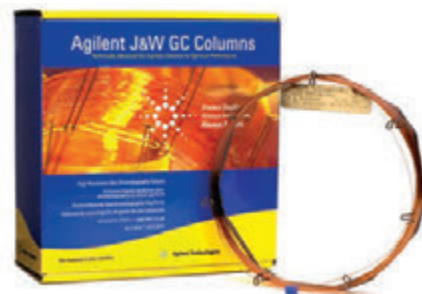
Mehrkernige aromatische Kohlenwasserstoffe (PAK) neigen zur Bioakkumulation in fetthaltigen Lebensmitteln wie Fisch, Fleisch, Öl und Milch und sind auch in geringen Konzentrationen für den Menschen extrem giftig (1). Die US-amerikanische Food and Drug Administration (FDA) schreibt PAK-Analysen im niedrigen ppb-Bereich in Meeresfrüchten vor (2). Die Europäische Union reglementiert (3) eine Reihe von PAK, die sich in Lebensmitteln finden können, als EU PAK4 (4).

### Isolierung der Analyten aus der Lebensmittelmatrix

Eine der Herausforderungen bei der Analyse von PAK in fetthaltigen Lebensmittelmatrices ist die Extraktion der Analyten aus dem extrem hohen Lipidanteil in der Matrix. Die Agilent Captiva Enhanced Matrix Removal (EMR)-Lipid Filtrationstechnologie ist im Vergleich zu den Vorgängertechnologien einfacher in der Implementierung und äußerst effizient bei der Entfernung der Probenmatrix ohne Analytverlust.



Agilent Captiva EMR-Lipid-Filtrationstechnologie



Agilent J&W GC-Säulen







### Literatur

1. Honda, M., Suzuki, N., Toxicities of Polycyclic Aromatic Hydrocarbons for Aquatic Animals, Int. J. Environ. Res. Public Health **2020**, 17(4), 1363
2. U.S. Food and Drug Administration, 2010, aufgerufen im Juli 2020, [Protocol for Interpretation and Use of Sensory Testing and Analytical Chemistry Results for Re-opening Oil-Impacted Areas closed to Seafood Harvesting due to the Deepwater Horizon Oil Spill.](#)
3. Commission Regulation (EU) 836/2011, Official Journal of the European Union, **2011**, 215, 9
4. Commission Regulation (EU) No 835/2011, Official Journal of the European Union, **2011**, 215, 4

## Trennung von PAK-Isomeren

Eine der Herausforderungen der PAK-Analytik ist die chromatographische Trennung von PAK-Isomeren, da diese die gleiche chemische Zusammensetzung besitzen. Massenspektrometer können wegen des identischen Molekulargewichts nicht einfach zwischen diesen Isomeren unterscheiden. Sowohl die Gruppe der EU-PAK4 als auch die größere Gruppe der EU-PAK (15+1) enthält kritische Paare, die koeluierten und mit GC-Massenspektrometern schwierig aufzulösen sind. Die Auswahl der richtigen GC-Säule für mehrkernige aromatische Kohlenwasserstoffe hängt von der Zielsetzung der Analyse ab. Tabelle 1 zeigt, wie gut die empfohlenen Säulen die kritischen, für Lebensmittel reglementierten PAK sowie häufige Verunreinigungen auflösen.

Tabelle 1: Kritische PAK, für die Obergrenzen bestehen: SCF (PAH15+1), JECFA (PAH13), CONTAM (PAH8).

Analyt	DB-EUPAH*	Select PAH*	DB-5ms UI*
Benzo[a]anthracen	x	x	x
Cyclopenta[c,d]pyren	x	x	x
Triphenylen (Verunreinigung)	koeluierten	x	koeluierten
Chrysen		x	
Benzo[b]fluoranthen	x	x	koeluierten
Benzo[j]fluoranthen	x	x	
Benzo[k]fluoranthen	x	x	x
Benzo[a]pyren	x	x	x
Indeno[1,2,3-c,d]pyren	x	x	x
Dibenzo[a,h]anthracen	x	x	x
Benzo[g,h,i]perylen	x	x	x
Dibenzo[a,e]pyren	x	x	x
Coronen (Verunreinigung)	x	x	x
Dibenzo[a,h]pyren	x	x	x
Dibenzo[a,i]pyren	x	x	x
Dibenzo[a,l]pyren	x	x	x
5-Methylchrysen	x	x	x
Benzo[c]fluoren	x	x	x
<b>Gesamtanalysedauer</b>	<b>&lt;28 min<sup>1</sup></b>	<b>&lt;45 min<sup>2</sup></b>	<b>&lt;22 min<sup>1</sup></b>
<b>Maximale Betriebstemperatur</b>	<b>320 bis 340 °C</b>	<b>325 bis 350 °C</b>	<b>325 bis 350 °C</b>
<b>Vorteile</b>	Höchste PAK-Spezifität  Kostengünstig 	Höchste PAK-Spezifität  Produktivität 	Vielseitigkeit  Produktivität 
<b>Auswahlkriterien</b>	– Beste Wahl, wenn die Auflösung von Triphenylen und Chrysen nicht entscheidend ist	– Genaue Quantifizierung aller 16 PAK nach EPA – Einzigartige Selektivität löst alle Isomere auf – Einzige Säule, die Chrysen und Triphenylen trennt, falls vorhanden	– Kostengünstige Wahl – Hervorragend für die meisten EPA-Methoden, bei denen weniger PAK-Isomere analysiert werden müssen

\*x = vollständige Basislinientrennung

1. Siehe Application Note Nummer 5 auf Seite 6.

2. Siehe Application Note Nummer 8 auf Seite 6.

## Diskriminierung nach Molekulargewicht

Die Diskriminierung nach Molekulargewicht ist eine weitere Herausforderung, die auftreten kann, wenn

- a. die Temperatur des Einspritzblocks zu niedrig eingestellt wird (<300 °C) und eine unvollständige Probenverdampfung im Einlass auftritt oder
- b. die Haltezeit der Splitless-Injektion nicht darauf optimiert wird, einen effektiven Transfer der gesamten Probe auf den Kopf der analytischen Säule zu gewährleisten, oder
- c. der falsche Einlass-Liner ausgewählt wird. In den chromatographischen Ergebnissen lässt sich dann eine geringere Response der PAK mit höherem Molekulargewicht beobachten.

Empfohlene Injektionsparameterbereiche zur Vermeidung der Diskriminierung nach Molekulargewicht:

- Injektionsvolumen: 1 bis 2 µl.
- Einlasstemperatur: 300 bis 320 °C.
- Temperatur der MS-Quelle und der Übertragungsleitung: 320 °C.
- Spülzeit: 45 bis 90 Sekunden splitless.
- Splitless-Liner mit Glaswolle oder Liner mit Fritte mit 4 mm.
- Gepulst splitless bei 20 bis 50 psi für 0,9 min, um hochsiedende PAK auf die Säule zu transferieren. „Cold Trapping“ auf der flüssigen Phase wird oft für höhermolekulare, höhersiedende Analyten wie beispielsweise PAK bei Splitless/PTV/MMI-Injektionen angewendet. Eine anfängliche Ofentemperatur von 75 °C liefert gewöhnlich gute Peakformen für viele Lösemittel der Proben.
- Minimierung der Verweilzeit im Einlass (und im System) durch höhere Flussraten durch die Säule: 0,15 mm: 1,2 ml/min He, 0,18 und 0,25 mm: 1,2 bis 1,4 ml/min He, Hinweis: Obwohl GC-Säulen mit 0,18 mm und 0,25 mm ID mit höheren Flussraten umgehen können, führen diese zu einer schlechteren MS-Empfindlichkeit. Eine Flussrate von mehr als 1,5 ml/min wird bei Verwendung der HES-Quelle nicht empfohlen.



## Best Practices zur Optimierung von Triple-Quadrupol-GC/MS-Systemen (GC/TQ) für die PAK-Analytik

- Verwendung von Retention-Gaps und/oder Rückspülung zur Vermeidung von Probenübertrag, Reduzierung der Wartung und Verkürzung der Analysenzykluszeiten.
- Durchführung der Analyse mit konstantem Fluss.
- Beheizte Bereiche isoliert und heiß halten, um das Potential für Kältepunkte im System und damit einhergehenden Signalverlust zu reduzieren.
- MS-Übertragungsleitungen und Ionenquelle bei Temperaturen über 300 °C halten. Zu niedrige Temperaturen führen zu Tailing der PAK-Peaks. Verwendung von hocheffizienten GC-Säulen mit 0,15/0,18 mm ID für kürzere Analysendauern ohne Verlust bei der Auflösung.
- Verwendung einer selbstreinigenden Agilent JetClean-Ionenquelle, um die Notwendigkeit der manuellen Ionenquellenreinigung erheblich zu reduzieren, insbesondere bei Proben mit hohem Matrixanteil. Es wurde gezeigt, dass eine kontinuierliche Reinigung der Quelle mit Wasserstoff (0,33 ml/min) die Linearität der Kalibrierung und die Präzision der Response für die PAK-Analytik langfristig erheblich verbessert.
- PAK-Standards vor der Verdünnung oder der Zubereitung von Kalibrierungsmischungen auf Raumtemperatur erwärmen lassen, da PAK mit höherem Molekulargewicht bei gekühlter Lagerung ausfallen können.
- Verwendung einer 9-mm-Extraktorlinse zur Minimierung der Oberflächen, auf denen sich PAK ablagern können.



## Application Notes

Die Einzelheiten zu den Bedingungen der Probenvorbereitung und zur GC-Methodenoptimierung finden Sie in den folgenden Application Notes von Agilent:

1. [Determination of 19 polycyclic aromatic hydrocarbon compounds in salmon & beef using Captiva EMR-Lipid cleanup by GC/MS/MS](#)
2. [Determination of 14 Polycyclic Aromatic Hydrocarbon Compounds in Edible Oil](#)
3. [PAHs in Chocolate and Peanuts with Agilent J&W Select PAH and longer GC columns](#)
4. [Polycyclic Aromatic Hydrocarbon \(PAH\) Analysis in Fish by GC/MS using Agilent Bond Elut QuEChERS dSPE Sample Preparation and a High Efficiency DB-5ms Ultra Inert GC column](#)
5. [PAH Analysis with High Efficiency GC columns: Column selection and Best practices](#)
6. [Increased Reproducibility in the Analysis of EU and EPA PAHs with the Agilent J&W Select PAH GC column and Agilent Intuvo 9000 GC system](#)
7. [GC/MS Analysis of European Union \(EU\) priority Polycyclic Aromatic Hydrocarbons \(PAHs\) using and Agilent DB-EUPAH GC column with a column performance comparison](#)
8. [Separation of 54 PAHs on an Agilent J&W Select PAH GC columns](#)
9. Different Stationary Phases for PAH Analysis ([Food Quality & Safety magazine](#))
10. [Analyse von durch die Europäische Union geregelten polyaromatischen Kohlenwasserstoffen \(EU-PAK\) mit dem Agilent 8890 GC-System](#)
11. [Optimized GC/MS Analysis for PAHs in Challenging Matrices using the 5977 Series GC/MSD with JetClean and midcolumn backflush](#)
12. [Optimized GC/MS/MS Analysis for PAHs in Challenging Matrices using the Agilent 8890/7000D triple quadrupole GC/MS with Jet Clean and midcolumn backflush](#)

## Empfohlene Produkte für die PAK-Analytik in Lebensmittelproben

Die folgende Tabelle führt auf, welche Produkte für die PAK-Analyse aus Lebensmittelmatrices erforderlich sind. Klicken Sie [hier](#), um der Liste Meine Favoriten im Agilent Online Store alle Artikel dieser Liste hinzuzufügen. \* Oder klicken Sie auf den Link „MeineListen“ im jeweiligen Tabellenkopf, um alle diese Artikel der Tabelle Ihrer Liste Meine Favoriten hinzuzufügen. Sie können dann die Menge der benötigten Produkte eingeben. Ihre Liste bleibt unter Meine Favoriten zur Verwendung bei künftigen Bestellungen erhalten.

Artikel	Bestellnummer
<b>MeineListe der Verbrauchsmaterialien für Probenvorbereitung ansehen</b>	
Captiva EMR-Lipid, Kartusche, 3 ml, 300 mg	5190-1003
Keramik-Homogenisatoren	5982-9312
Agilent Überdruckverteiler-Prozessor (PPM-48)	5191-4101
Captiva EMR-Lipid, Kartusche, 6 ml, 600 mg	5190-1004
Bond Elut Jr PSA, 500 mg	12162042B
<b>MeineListe der Standards ansehen</b>	
EU-PAK(15+1)-Standard-Kit; 250 µg/ml	5190-0487
EPA-PAK-Standard (Kalibrierungsstandard); 500 µg/ml	8500-6035
Unter <a href="http://www.agilent.com/chem/standards">www.agilent.com/chem/standards</a> finden Sie weitere Optionen für Volumina und Konzentrationen der Standards	
<b>MeineListe der Verbrauchsmaterialien für den Einlass ansehen</b>	
Einlass-Septa, Advanced Green, nicht klebend, 11 mm, 50 St.	5183-4759
Einlass-Septa, Advanced Green, nicht klebend, 11 mm, 100 St.	5183-4759-100
Ultra Inert einseitig konischer Splitless-Liner, Glaswolle	5190-2293
Ultra Inert einseitig konischer Splitless-Liner mit Glasfritte	5190-5112
Ultra Inert-Golddichtung, mit Unterlegscheibe, 1 St.	5190-6144
Ultra Inert-Golddichtung, mit Unterlegscheibe, 10 St.	5190-6145
Selbstsichernde Säulenmutter, mit Schraubfixierung, Einlass	G3440-81011
Selbstsichernde Säulenmutter, mit Schraubfixierung, MSD	G3440-81013
Ersatzschraubfixierung für selbstsichernde Mutter	G3440-81012
Ferrulen (15 % Graphit/85 % Vespel), 0,4 mm ID, 10 St.	5181-3323
ALS-Spritze, 5 µl, feste Nadel, 23-26s/42/Konus	5181-1273
ALS-Spritze, 5 µl, feste Nadel, 23-26s/42/Konus, 6 St.	5181-8810
ALS-Spritze, 10 µl, feste Nadel, 23-26s/42/Konus	5181-1267
ALS-Spritze, 10 µl, feste Nadel, 23-26s/42/Konus, 6 St.	5181-3360
Vergrößerungslupe (20-fach)	430-1020
<b>MeineListe der GC-Säulen für 7890, 8890 und 8860 ansehen</b>	
Agilent J&W DB-EUPAH, 20 m x 0,18 mm, 0,14 µm	121-9627
Agilent J&W DB-5ms 20 m x 0,18 mm, 0,18 µm	121-5522UI
Agilent J&W Select PAH, 30 m x 0,25 mm, 0,15 µm	CP7462
Agilent J&W Select PAH, 15 m x 0,15 mm, 0,10 µm	CP7461
Inerte Fused-Silica-Kapillare, 5 m, 0,15 mm	160-7625-5



\*Wenn Sie den Agilent Online Store zum ersten Mal benutzen, werden Sie zur Eingabe Ihrer E-Mail-Adresse aufgefordert, um das Kundenkonto zu bestätigen. Wenn Sie noch kein Agilent Konto eingerichtet haben, müssen Sie sich für eines [registrieren](#). Die Funktion „Meine Liste“ gibt es nur in Regionen mit aktiviertem E-Commerce. Alle Artikel können auch über herkömmliche Vertriebswege bestellt werden. Nicht in allen Ländern verfügbar. Weitere Informationen zur Verfügbarkeit erhalten Sie von Ihrem Vertriebsmitarbeiter vor Ort.

<b>MeineListe der Intuvo GC-Säulen ansehen</b>	
Agilent J&W DB-EUPAH, Intuvo GC-Säule, 20 m x 0,18 mm, 0,14 µm	121-9627-INT
Agilent J&W DB-5ms, 20 m x 0,18 mm, 0,18 µm	121-5522UI-INT
Agilent J&W Select PAH, Intuvo GC-Säule, 30 m x 0,25 mm, 0,15 µm	CP7462-INT
Agilent J&W Select PAH, 15 m x 0,15 mm, 0,10 µm	CP7461-INT
<b>MeineListe der Intuvo Verbrauchsmaterialien ansehen</b>	
Guard-Chip, Intuvo, Split/Splitless	G4587-60565
Intuvo Einlass-Chip	G4581-60031
Flow-Chip, Intuvo, D2-MS	G4581-60033
Flow-Chip, Intuvo, vormontiertes HES MS-Ende	G4590-60109
Polyimidichtung für Einlass/MSD (Intuvo)	5190-9072
<b>MeineListe der MS-Verbrauchsmaterialien ansehen</b>	
EI-Filament (für 7000A/B/C/D, 5977B Inert Plus, 5977A Extraktor, inert oder Edelstahl und 5975-Systeme)	G7005-60061
HES-Filament für 7010 Triple Quadrupol-GC/MS	G7002-60001
Drawout-Platte, 9 mm, inerte Quelle	G3440-20022
Drawout-Platte, 9 mm, Extraktor-Ionenquelle	G3870-20449
<b>MeineListe der Gasfilter ansehen</b>	
Gas Clean Trägergas-Kit für Agilent 7890	CP17988
Gas Clean Trägergas-Kit für Agilent 8890 und 8860	CP179880
Gas Clean Ersatzkartusche für Trägergas-Gasreiniger	CP17973
Gas Clean Filter-Kit für Intuvo	CP17995
<b>MeineListe der Probenflaschen und Verschlüsse ansehen</b>	
Probenflasche, 2 ml, Schraubverschluss, braun, mit Beschriftungsfeld, deaktiviert, zertifiziert, 100 St.	5183-2072
Schraubverschlüsse, blau, zertifiziert, PTFE/Silikon/PTFE-Septa	5182-0723
100-µl-Probenflascheneinsatz, Glas mit Polymerfüßen	5181-8872
Probenflasche, 2 ml, Schraubverschluss, braun, Beschriftungsfeld, 100 St.	5182-0716
Blaue Schraubverschlüsse, 9 mm, PTFE/RS, 500 St.	5185-5820

Mehr Infos erhalten Sie unter: [www.agilent.com/chem/standards](http://www.agilent.com/chem/standards)

Agilent bietet auch Standards für EPA-PAK mit 500 µg/ml und EU-PAK (15+1) mit 250 µg/ml und alle GC-Verbrauchsmaterialien an, die Sie für die zuverlässige und reproduzierbare PAK-Analytik in Lebensmittelmatrices, auch im Spurenbereich, benötigen.





## Agilent CrossLab: Echte Erkenntnisse, echte Ergebnisse

Agilent CrossLab geht über die Geräte hinaus und bietet Ihnen Services, Verbrauchsmaterialien und laborweites Ressourcenmanagement. Damit kann Ihr Labor die Effizienz steigern, den Betrieb optimieren, die Betriebszeit der Geräte erhöhen, die Anwenderfähigkeiten verbessern und mehr.

Erfahren Sie mehr über Agilent CrossLab und sehen Sie sich an, wie Erkenntnisse zu optimalen Ergebnissen führen: [www.agilent.com/crosslab](http://www.agilent.com/crosslab)

Deutschland

**0800-603 1000**

**CustomerCare\_Germany@agilent.com**

Europa

**info\_agilent@agilent.com**

Asien und Pazifik

**inquiry\_lsca@agilent.com**