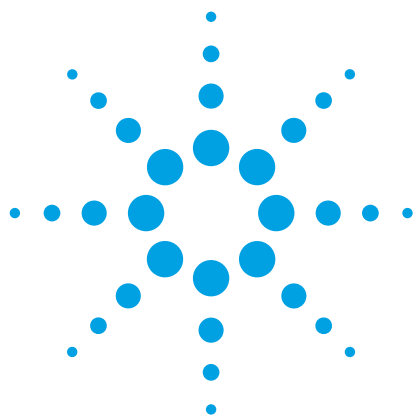




PAK-Analyse in Lachs mit verbesserter Matrix-Entfernung

Application Note

Lebensmittelprüfung & Landwirtschaft, Umwelt

Autoren

Derick Lucas und Limian Zhao
Agilent Technologies, Inc.

Zusammenfassung

Polyzyklische aromatische Kohlenwasserstoffe (PAK) bestehen aus anellierten Benzolringsystemen, die sehr schwer abbaubar sind. Sie können durch Akkumulation in der Umwelt sowie durch Zubereitungsmethoden, die Rauch verwenden, in aquatische Spezies aufgenommen werden. Die Analyse von PAK in komplexen, fettreichen Lebensmittelmatrixen kann oftmals eine Herausforderung darstellen, da die mitextrahierte Matrix eine genaue Quantifizierung durch Interferenzen, Matrixeffekte sowie Ansammlung im analytischen Flussweg verhindert. Agilent Bond Elut QuEChERS Enhanced Matrix Removal—Lipid (EMR—Lipid) gehört zur nächsten Generation der Produkte zur Probenvorbereitung und verwendet eine praktische dispersive Festphasenextraktion (dSPE) zur hochselektiven Matrixentfernung, ohne die Wiederfindung der Analyten zu beeinflussen. Diese Arbeit demonstriert die Effizienz dieser Methodik zur Probenvorbereitung bei der Analyse von PAK in Lachs. Die Methode bietet eine hervorragende Genauigkeit (84 bis 115 %) und Präzision (RSD = 0,5 bis 4,4 %) für alle 15 PAK-Verbindungen in allen Konzentrationsbereichen und ermöglicht eine schnelle, robuste und effiziente Analyse fettreicher Proben.

Einführung

Polyzyklische aromatische Kohlenwasserstoffe (PAK) sind ubiquitäre Verunreinigungen in der Umwelt und können petrogener oder pyrogener Herkunft sein. Sie bestehen aus Wasserstoff und Kohlenstoff, die in zwei oder mehr anellierten Benzolringen angeordnet sind, und können an einem oder mehreren Ringen Substituenten aufweisen [1]. Die Bedenken bezüglich der PAK gründen sich auf ihre Persistenz in der Umwelt und die toxischen, mutagenen und karzinogenen Wirkungen auf Säugetiere, die einige dieser Substanzen zeigen [2]. Eine Kontamination von Fisch und Meeresfrüchten kann durch die Ansammlung von Erdölbestandteilen in Wasserquellen und durch Verfahren zur Lebensmitt zubereitung entstehen, die PAK als Nebenprodukte der Verbrennung über den Rauch eintragen [3,4]. Aus diesen Gründen ist es von entscheidender Bedeutung, dass Analytiker über belastbare und effiziente Methoden zum Nachweis von PAK-Kontamination in bedenklichen Konzentrationen verfügen.



Agilent Technologies

Die Detektion von PAK in geringer Konzentration kann mittels GC/MS in Kombination mit einer robusten und effektiven Methode zur Probenvorbereitung erreicht werden. Die üblichen Protokolle zur Vorbereitung beinhalten die Soxhlet-Extraktion [5], Ultraschall-unterstützte Extraktion [6] und Lösemittlextraktion unter Druck [7]. Die Vorbereitung kann an Verfahren zur Aufreinigung wie Festphasenextraktion [8] oder Gelpermeationschromatographie [9] gekoppelt werden. Um diese arbeitsintensiven und zeitraubenden Verfahren zu umgehen, wurden auch Protokolle basierend auf Quick, Easy, Effective, Rugged, and Safe (QuEChERS) [10,11] mit gutem Erfolg implementiert [12,13,14]. Die Probenvorbereitung gewinnt zunehmend an Bedeutung für Proben komplexer Lebensmittel, insbesondere solcher mit hohem Fettgehalt, denn die mitextrahierte Matrix hat schädliche Auswirkungen auf die Analyse in Form von Interferenzen, Matrixeffekten sowie einer Ansammlung im analytischen Flussweg.

Agilent Bond Elut QuEChERS Enhanced Matrix Removal—Lipid (EMR—Lipid) ist ein neuartiges Sorbens-Material, das selektiv die wesentlichen Lipidklassen aus Probenextrakten entfernt, ohne die unerwünschte Entfernung relevanter Analyten. Die Entfernung von Lipidarten ist von besonderer Bedeutung für Verfahren wie QuEChERS, bei denen große Mengen von Matrix zusammen mit den Zielanalyten extrahiert werden. Traditionell wurden C18- und PSA-basierte Sorbenzien für die Aufreinigung von Proben mit hohem Fettgehalt in einem Schritt mit dispersiver Festphasenextraktion verwendet (dSPE). Diese Sorbenzien erreichen jedoch oftmals keine adäquate Aufreinigung der Proben, und es kann zu nicht-selektiven Interaktionen mit Analyten kommen. In dieser Arbeit werden die Probenvorbereitung und Analyse von 15 PAK in Lachs mittels eines einfachen und effektiven Arbeitsablaufs untersucht, der eine adäquate Aufreinigung mit EMR-Lipid ebenso wie eine hervorragende Genauigkeit und Reproduzierbarkeit in der GC/MS bietet.

Experimentelles

Die Analyse wurde mit einem Agilent 7890 GC und einem Agilent 5977 MSD mit Multimode-Einlass (MMI) ausgeführt, mit einem Agilent 7693 automatischen Flüssigprobengeber sowie Capillary Flow-Technologie für das Backflushing der Säule. Tabelle 1 zeigt die Geräteparameter, und in Tabelle 2 werden das Verbrauchsmaterial und sonstige Ausrüstung dargestellt, die bei dieser Arbeit verwendet wurden.

Tabelle 1. Geräteparameter des Agilent GC/MS-Systems für die PAK-Analyse

GC:	Agilent 7890B
Automatischer Probengeber:	Agilent 7693 automatischer Flüssigprobengeber, 10,0-µl-Spritze (G4513-80220)
Injektionsvolumen:	0,5 µl
Trägergas:	Helium, konstanter Fluss
Gasfilter:	Gas Clean-Filter GC/MS, 1/8 Zoll (Best.-Nr. CP17974)
Einlass:	MMI, heißer splitloser Injektionsmodus, 320 °C
Purge-Fluss zur Splitentlüftung:	50 ml/Min bei 0,75 Min
Flussrate:	2,0 ml/Min
Ofenprogramm:	70 °C für 1 Min, dann 25 °C/Min bis 195 °C mit einem Halt von 1,5 Min, dann 7 °C/Min bis 315 °C
Säule:	Agilent J&W DB-5ms UI, 20 m × 0,18 mm, 0,18 µm (Best.-Nr. 121-5522UI)
Restriktor:	Deaktivierte Silica-Kapillare, 0,65 m × 0,15 mm (Best.-Nr. 160-7625-5)
Backflush nach dem Lauf:	5 Min bei 315 °C, 70 psi während Backflush
Aux. Druck:	2 psi während des Laufs, 70 psi während Backflush
MSD:	Agilent 5977 MSD
Modus:	SIM
Transferlinientemperatur:	340 °C
Temperatur Quelle:	325 °C
Temperatur Quad:	150 °C
Solvent Delay:	3,5 Min

Tabelle 2. Sonstige Verbrauchsmaterialien und Ausrüstung.

Probenflaschen:	Braun, Probenflasche aus Glas mit Schraubverschluss (Best.-Nr. 5190-7041)
Probenflaschenverschlüsse:	PTFE, 9 mm, Schraubverschluss (Best.-Nr. 5182-0717)
Flascheneinsätze:	Glas, 150 µl, mit Polymerfuß (Best.-Nr. 5183-2088)
Septum:	Long Life, nicht klebend, 11 mm, 50 Stück (Best.-Nr. 5183-4761)
Ferrulen:	Vespe: Graphit, 85:15, 0,4 mm id (Best.-Nr. 5181-3323), UltiMetal Plus Flexible Metal-Ferrulen (Best.-Nr. G3188-27501)
Einlass-Liner:	Einfach konisch, splitlos, Ultra Inert (Best.-Nr. 5190-7041)
Capillary Flow-Technologie (CFT):	UltiMetal Plus Ultimate Union (Best.-Nr. G3186-60580), CFT Capillary Fitting (Best.-Nr. G2855-20530)
Bond Elut EMR—Lipid dSPE:	1 g in 15-ml-Röhrchen (Best.-Nr. 5982-1010)
Bond Elut Final Polish Enhanced Matrix Removal—Lipid	2 g in 15-ml-Röhrchen (Best.-Nr. 5982-0101)
Geno/Grinder, Metuchen, NJ, USA	
Centra CL3R Zentrifuge, Thermo IEC, MA, USA	
Eppendorf Mikrozentrifuge, Brinkmann Instruments, Westbury, NY, USA	
Vortexer und Multiröhrchen-Vortexer, VWR, Radnor, PA, USA	
Flaschenaufsatzdispenser, VWR, So. Plainfield, NJ, USA	
Eppendorf-Pipetten	

Probenvorbereitung

Der Lachs wurde homogenisiert, in 50-ml-Zentrifugenröhrchen eingewogen (5 g) und wie erforderlich mit Standards und isotope markierten internen Standards versetzt. Acetonitril (ACN) (10 ml) wurde hinzugegeben, und die Probe wurde auf einem mechanischen Schüttler zwei Minuten lang vermischt. Die Röhrchen wurden bei 5000 U/Min fünf Minuten lang zentrifugiert. Der Überstand (8 ml) wurde in ein 15-ml-Zentrifugenröhrchen überführt, das 1 g EMR—Lipid-Sorbens enthielt, zur Dispergierung umgehend gevortext und danach für zusätzliche 60 Sekunden auf einem Vortex-Tisch behandelt. Die Suspension wurde dann bei 5000 U/Min drei Minuten lang zentrifugiert. Der gesamte Überstand wurde in ein zweites 15-ml-Feinaufreinigungsröhrchen mit 2,0 g Salzen dekantiert (1:4 NaCl:MgSO₄) und zur Dispergierung umgehend gevortext, gefolgt von Zentrifugierung bei 5000 U/Min für drei Minuten. Die obere ACN-Schicht wurde in Probenröhrchen für die GC/MS-Analyse überführt (Abbildung 1).

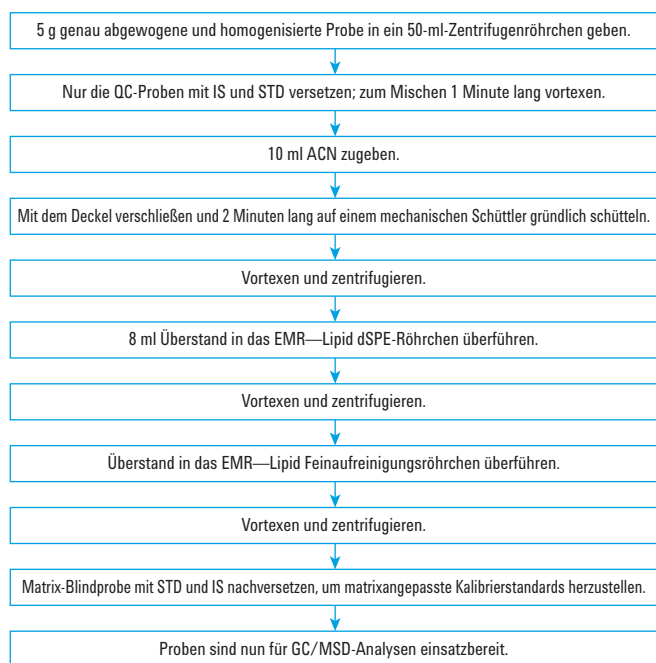


Abbildung 1. Arbeitsablauf zur Probenvorbereitung für PAK in Lachs mittels Agilent Bond Elut Enhanced Matrix Removal—Lipid vor der Analyse mit GC/MS.

Reagenzien und Chemikalien

Alle Reagenzien und Lösemittel hatten HPLC-Reinheitsgrad oder höher. ACN wurde von Honeywell (Muskegon, MI, USA) bezogen, und zur Wasserreinigung wurde ein EMD Millipore Milli-Q Integral System (Darmstadt, Deutschland) eingesetzt. PAK-Standards und interne Standards wurden als Lösungen von Ultra-Scientific (North Kingstown, RI, USA) bezogen. Stammlösungen wurden zu 100 µg/ml in Aceton zubereitet und in braunen Probenflaschen zu Arbeitsstandards verdünnt.

Kalibrierungskurven und Quantifizierung

Matrixangepasste Kalibrierungskurven wurden für den Kalibrierungsbereich erstellt, entsprechend 1, 10, 25, 50, 100, 250, 500 und 1000 ng/g. Lachsblindproben wurden im Verlauf des gesamten Verfahrens der Probenvorbereitung verwendet, 950 µl des Blindextrakts, 25 µl PAK-Standards und 25 µl der internen Standards wurden zur Herstellung der matrixangepassten Kalibrierungsstandards gemischt. Die internen Standards wurden dem Lachs und zu 100 ng/g nachträglich den matrixangepassten Kalibrierungsstandards zugesetzt. Alle Kalibrierungskurven zeigten außerordentliche Linearität, mit $R^2 > 0,999$ für alle Verbindungen. Lachsproben wurden in den Konzentrationen 25, 100 und 500 ng/g, vor der Extraktion in sechs Replikaten vorangereichert. Agilent MassHunter Software wurde verwendet, um die Zielanalyten zu quantifizieren. Werte für die Genauigkeit wurden mittels Berechnung der Responses der angereicherten Proben unter Berücksichtigung interner Standards bestimmt. Absolute Wiederfindungswerte wurden mittels Messung der Response der vorangereicherten Analyten zur Kalibrierungskurve ohne Korrektur um interne Standards bestimmt.

Ergebnisse und Diskussion

Der 7890 GC und 5977 GC/MSD erbrachten exzellente Leistung für die 15 PAK und fünf internen Standards und lieferten konsistente Ergebnisse mit hoher Empfindlichkeit. Abbildung 2 zeigt die für die 15 PAK auf einer Agilent DB-5ms UI-Säule erreichte Trennung mit einer Voranreicherung von 25 ng/g in Lachs. Das Chromatogramm zeigt eine Basislinientrennung aller 15 PAK, was für eine genaue Integration der PAK-Isomeren Phenanthren, Anthracen, Benz[a]anthracen, Chrysen, Benzo[b]fluoranthren und Benzo[k]fluoranthren entscheidend ist. Einige kleine Interferenzen im Chromatogramm sind leicht von den relevanten Peaks zu trennen.

Exzellente Genauigkeit und Präzision wurden für die Anreicherungsgrade von 25, 100 und 500 ng/g mit dem optimierten Verfahren unter Verwendung von EMR-Lipid erreicht. Abbildung 3 zeigt, dass mit der Korrektur mit isotoopenmarkierten internen Standards die Genauigkeit für alle Analyten und Konzentrationsbereiche zwischen 84 und 115 % lag, mit RSD von 0,5 bis 4,4 % (Abbildung 4). Die Daten für Genauigkeit sind in Abbildung 5 in Wiederfindungsbereiche gruppiert und zeigen die meisten Verbindungen zwischen 90 und 120 %, mit zwei Verbindungen geringfügig unter 90 % (Indo[1,2,3-cd]pyren und Benzo[g,h,i]perylene).

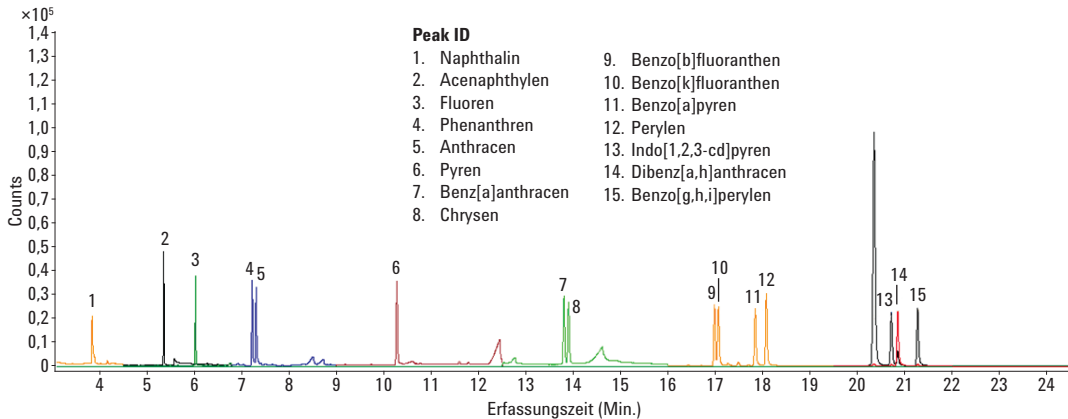


Abbildung 2. GC/MS SIM-Chromatogramm von 15 PAK aus einer 25 ng/g Voranreicherung in Lachs.

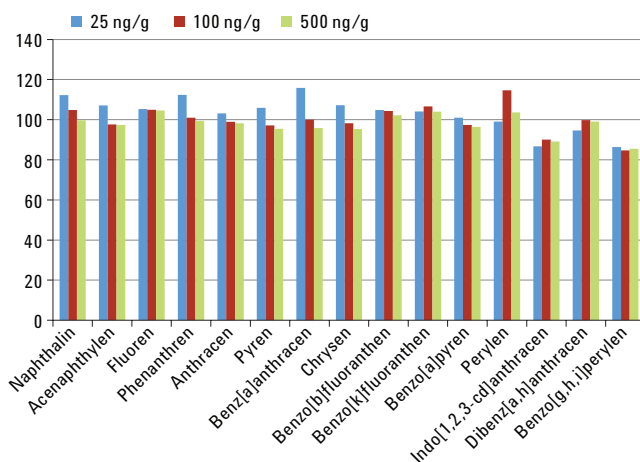


Abbildung 3. Ergebnisse für Genauigkeit für 15 PAK in Lachs bei Werten von 25 ng/g, 100 ng/g und 500 ng/g.

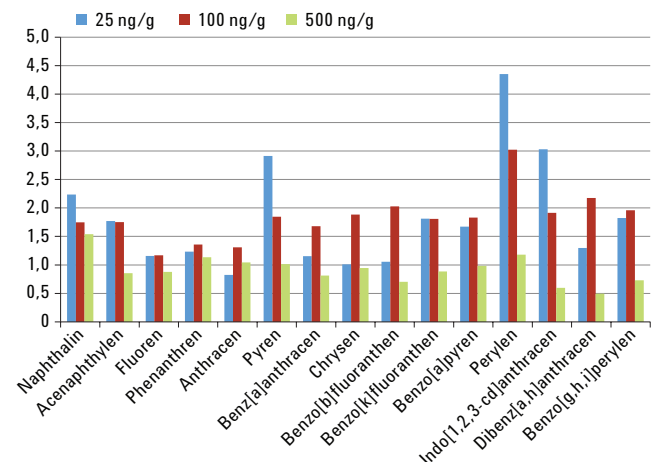


Abbildung 4. Ergebnisse für Präzision für 15 PAK in Lachs bei Werten von 25 ng/g, 100 ng/g und 500 ng/g.

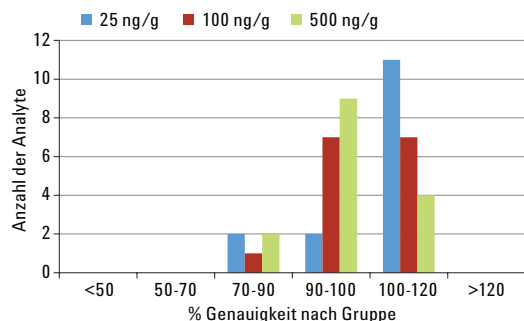


Abbildung 5. Gruppierete Ergebnisse für Genauigkeit für PAK in Lachs bei Werten von 25 ng/g, 100 ng/g und 500 ng/g.

Die absolute Wiederfindung lag zwischen 62 und 98 %, ohne Verwendung interner Standards (Tabelle 3). Bei zwei Verbindungen, Indo[1,2,3-cd]pyren und Benzo[g,h,i]perylen, ergab sich eine Wiederfindung von etwas unter 70 %. Die absolute Wiederfindung für PAK nimmt mit zunehmendem Molekulargewicht ab, aufgrund der abnehmenden Löslichkeit in ACN. Die meisten Wiederfindungswerte sind jedoch hoch und leicht anhand der internen Standards zu korrigieren. Die absoluten Wiederfindungswerte für interne Standards sind ebenfalls hoch, wie in Tabelle 4 dargestellt. Trotz der Einschränkungen hinsichtlich der Löslichkeit in ACN ergibt diese Methode gute bis hervorragende Wiederfindungswerte und in hohem Maße reproduzierbare Ergebnisse in der fettreichen Lachsprobe.

EMR—Lipid dSPE

Lachs wurde wegen seines hohen Fettgehalts im Vergleich zu anderen Meerestieren als repräsentative Probe gewählt. Das optimierte Verfahren weicht von einem typischen QuEChERS-Protokoll in mehreren Bereichen ab, durch die der Arbeitsablauf optimiert und der Vorteil der EMR—Lipid dSPE-Aufreinigung genutzt wird. Zuerst wird der Lachs direkt mit ACN ohne zusätzliches Wasser oder QuEChERS-Extraktionssalze extrahiert. Nach der Zentrifugierung besteht der Überstand aus ACN und einer geringen Menge Wasser aus der Probe. Der Überstand wird in das EMR—Lipid-Röhrchen zur dSPE-Matrixentfernung überführt. Abschließend wird der dSPE-Überstand in ein Feinaufreinigungsröhrchen überführt, das 2,0 g NaCl/MgSO₄ (1:4) enthält, um die Phasentrennung einzuleiten. Die obere ACN-Schicht wird dann in Probenflaschen zur Analyse überführt.

Tabelle 4. Absolute Wiederfindung und Präzision (% RSD) für interne Standards bei Lachs (n = 6).

Verbindung	100 ng/g Anreicherung	
	Wdf.	% RSD
Naphthalin-d8	87,8	1,0
Acenaphthylen-d10	93,3	0,8
Phenanthren-d10	94,9	0,8
Chrysen-d12	87,1	1,0
Perylen-d12	86,4	3,1
Durchschnitt	89,9	1,3

Tabelle 3. Liste der in dieser Studie verwendeten PAK und ihre Werte für Genauigkeit, absolute Wiederfindung und relative Standardabweichungen (RSDs) in Lachs (n = 6).

Verbindung	25 ng/g Anreicherung			100 ng/g Anreicherung			500 ng/g Anreicherung		
	Gen.	Wdf.	% RSD	Gen.	Wdf.	% RSD	Gen.	Wdf.	% RSD
Naphthalin	112,2	86,7	2,2	104,8	89,7	1,7	99,7	85,8	1,5
Acenaphthylen	107,1	90,1	1,8	97,6	89,9	1,8	97,3	90,6	0,9
Fluoren	105,3	94,6	1,2	105,0	94,2	1,2	104,6	96,2	0,9
Phenanthren	112,3	95,3	1,2	101,0	94,1	1,4	99,4	94,5	1,1
Anthracen	103,1	91,6	0,8	98,9	90,7	1,3	98,3	92,6	1,0
Pyren	105,8	97,6	2,9	97,1	88,9	1,8	95,4	89,7	1,0
Benz[a]anthracen	115,8	91,2	1,2	100,1	84,7	1,7	95,8	85,7	0,8
Chrysen	107,2	83,6	1,0	98,2	83,2	1,9	95,4	85,4	0,9
Benzo[b]fluoranthren	104,8	78,3	1,1	104,3	76,1	2,0	102,2	79,2	0,7
Benzo[k]fluoranthren	104,1	78,8	1,8	106,6	77,5	1,8	104,0	80,3	0,9
Benzo[a]pyren	101,0	74,2	1,7	97,4	71,8	1,8	96,4	74,8	1,0
Perylen	99,1	74,4	4,4	114,7	76,4	3,0	103,6	80,3	1,2
Indo[1,2,3-cd]pyren	86,7	66,1	3,0	90,0	66,2	1,9	89,1	69,1	0,6
Dibenz[a,h]anthracen	94,7	73,9	1,3	99,7	72,2	2,2	99,0	76,2	0,5
Benzo[g,h,i]perylen	86,4	64,7	1,8	84,7	62,3	2,0	85,6	66,3	0,7
Durchschnitt	103,0	82,7	1,8	100,0	81,2	1,8	97,7	83,1	0,9

Wie es für Protokolle zur verbesserten Matrix-Entfernung typisch ist, nutzt dieser Ansatz die verbesserte Aufreinigung, indem mehr Probenmaterial verwendet wird, was wiederum die Empfindlichkeit der Methode insgesamt verbessert. Für herkömmliche EMR—Lipid-Protokolle wird zusätzlich Wasser zugegeben, um vor der dSPE das Sorbens-Material zu aktivieren. Für dieses optimierte Protokoll wurde festgestellt, dass zusätzliches Wasser die Löslichkeit der PAK senkte und einige der Werte für absolute Wiederfindung negativ beeinflusste. Daher wurde der Überstand der Extraktion ohne zusätzliches Wasser direkt in das EMR-Lipid-Röhrchen übertragen, wodurch eine adäquate Aufreinigung für die GC/MS SIM-Analyse ermöglicht wurde. Umgehendes Vermischen nach Zugabe des Überstands zu den EMR-Lipid- und EMR-Lipid Feinaufreinigungsröhrchen suspendiert die Feststoffe, sodass eine maximale Interaktion mit dem Sorbens gewährleistet und Verklumpen vermieden wird. Für eine optimale Entfernung der Matrix kann zusätzliches Wasser zur dSPE zugegeben und die Werte für Wiederfindung wirksam mittels der internen Standards korrigiert werden, um eine hervorragende Genauigkeit und Präzision zu erhalten.

Schlussfolgerungen

Diese Arbeit demonstriert eine schnelle und einfache Methode, mit der effektiv niedrige bis hohe Konzentrationen von PAK in fettreichen Lachsproben quantifiziert werden können. Der Arbeitsablauf ist ebenso einfach wie QuEChERS, implementiert jedoch das neue EMR—Lipid dSPE-Sorbens, um mitextrahiertes Fett zu minimieren, die Wiederfindung zu maximieren und einen hohen Grad an Präzision zu liefern.

Zwar kann der Fettgehalt in Matrices wie Lachs sehr stark variieren, aber Agilent Bond Elut Enhanced Matrix Removal—Lipid ist ein universal verwendbares Sorbens für die Fettentfernung, das nicht mit relevanten Analyten interagiert. Die Fettentfernung wird durch die Verwendung von zusätzlichem Wasser mit EMR—Lipid während des dSPE-Schritts maximiert. In diesem Fall senkt zusätzliches Wasser jedoch die Löslichkeit der PAK und ist für die Probenvorbereitung der PAK nicht wünschenswert. Auch zukünftig wird an einer Optimierung von EMR—Lipid für Probenarten und Anwendungen gearbeitet, die eine Herausforderung darstellen, um den Anwendungsbereich für Chromatographie- und Detektionssysteme der aktuellen und nächsten Generation zu erweitern.

Tabelle 5. Zielanalyten, Retentionszeit, Zielion und Zuordnungen interner Standards für die GC/MS SIM-Methode.

Verbindung	GC/MS (SIM)			
	RT	Zielion	Verweilzeit (ms)	Interner Standard
Naphthalin	3,89	128,0	20	Naphthalin-d8
Acenaphthylen	5,37	152,0	20	Acenaphthylen-d10
Fluoren	6,05	166,0	20	Acenaphthylen-d10
Phenanthren	7,25	178,0	20	Phenanthren-d10
Anthracen	7,34	178,0	20	Phenanthren-d10
Pyren	10,31	202,0	20	Phenanthren-d10
Benz[a]anthracen	13,83	228,0	20	Chrysen-d12
Chrysen	13,93	228,0	20	Chrysen-d12
Benzo[b]fluoranthren	16,99	252,0	20	Perylen-d12
Benzo[k]fluoranthren	17,08	252,0	20	Perylen-d12
Benzo[a]pyren	17,85	252,0	20	Perylen-d12
Perylen	18,09	252,0	20	Perylen-d12
Indo[1,2,3-cd]pyren	20,72	276,0	20	Perylen-d12
Dibenz[a,h]anthracen	20,87	278,0	20	Perylen-d12
Benzo[g,h,i]perylene	21,29	276,0	20	Perylen-d12
Interne Standards				
Naphthalin-d8	3,87	136,0	20	—
Acenaphthylen-d10	5,52	162,0	20	—
Phenanthren-d10	7,22	188,0	20	—
Chrysen-d12	13,86	240,0	20	—
Perylen-d12	18,03	264,0	20	—

Literatur

1. Anon. *Compendium Method T0-13A*. Environmental Protection Agency (EPA) of the United States of America, Cincinnati, OH, USA, **1999**.
2. Guo, Y.; Wu, K.; Xu, X. *J. Environ. Health* **2011**, *73*, 22-25.
3. Beyer, J.; Jonsson, G.; Porte, C.; Krahn, M. M.; Ariese, F. *Environ. Tox. and Pharma.* **2010**, *30*, 224-244.
4. Essumang, D. K.; Dodoo, D. K.; Adjei, J. K. *J. Food Composition and Analysis* **2012**, *27*, 128-138.
5. Takigami, H.; Suzuki, G.; Hirai, Y.; Sakai, S. *Chemosphere* **2009**, *76*, 270-277.
6. Ali, N.; Dirtu, A. C.; Eede, N. V. D.; Goosey, E.; Harrad, S.; Neels, H.; 't Mannetje, A.; Coakley, J.; Douwes, J.; Covaci, A. *Chemosphere* **2012**, *88*, 1276-1282.
7. Stapleton, H. M.; Keller, J. M.; Schantz, M. M.; Kucklick, J. R.; Leigh, S. D.; Wise, S. A. *Anal. Bioanal. Chem.* **2007**, *387*, 2365-2379.
8. Sverko, E.; Tomy, G. T.; Marvin, C. H.; Zaruk, D.; Reiner, E.; Helm, P. A.; Hill, B.; Mccarry, B. E. *Environ. Sci. Technol.* **2008**, *42*, 361-366.
9. Saito, K.; Sjödin, A.; Sandau, C. D.; Davis, M. D.; Nakazawa, H.; Matsuki, Y.; Patterson, Jr., D. G. *Chemosphere* **2004**, *57*, 373-381.
10. Anastassiades, M.; Lehotay, S. J.; Štajnbaher, D.; Schenck, F. S. *J. AOAC Int.* **2003**, *86*, 412-431.
11. Lehotay, S. J.; Mastovská, K.; Lightfield, A. R. *J. AOAC Int.* **2005**, *88*, 615-629.
12. Forsberg, N. D.; Wilson, G. R.; Anderson, K. A. *J. Agric. Food Chem.* **2011**, *59*, 8108-8116.
13. Smith, D.; Lynam, K. *Polycyclic Aromatic Hydrocarbon (PAH) Analysis in Fish by GC/MS Using Agilent Bond Elut QuEChERS Sample Preparation and a High Efficiency DB-5ms Ultra Inert GC Column*; Application Note, Agilent Technologies, Inc. Publication number 5990-6668EN, **2012**.
14. Sapozhnikova, Y.; Lehotay, S. J. *Analytica Chimica Acta* **2013**, *758*, 80-92.

Weitere Informationen

Diese Daten stellen typische Ergebnisse dar. Weitere Informationen zu unseren Produkten und Leistungen finden Sie auf unserer Website unter www.agilent.com/chem.

www.agilent.com/chem

Agilent haftet weder für hierin enthaltene Fehler noch für Neben- oder Folgeschäden in Zusammenhang mit der Bereitstellung, Leistung oder Verwendung dieses Materials.

Änderungen vorbehalten.

© Agilent Technologies, Inc., 2015
Gedruckt in den USA,
30. Juli 2015
5991-6088DEE



Agilent Technologies