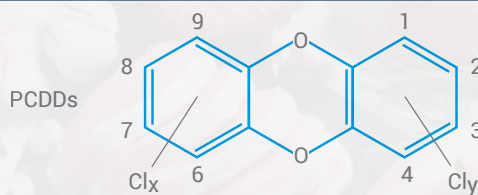
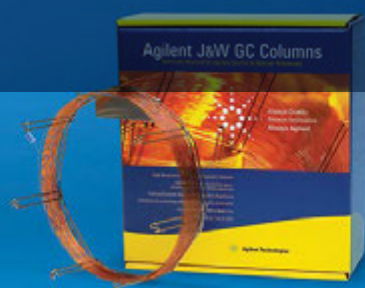


Analyse von Dioxinen in Lebens- und Futtermitteln mittels GC/MS

Leitfaden für die Bestellung von Verbrauchsmaterialien für den Arbeitsablauf



Polychlorierte Dibenzop-dioxine (PCDD) und polychlorierte Dibenzofuran (PCDF) in Lebensmitteln

Dioxin und dioxinähnliche PCB sind Umweltschadstoffe und persistente organische Schadstoffe (POP), die als Nebenprodukte in industriellen Prozessen wie dem Bleichen von Papier, der Herstellung von Pestiziden und der Müllverbrennung entstehen. Diese reichern sich in der Nahrungskette an, hauptsächlich in Fettgewebe von Tieren, und können durch den Verzehr von Fleisch, Milchprodukten, Fisch und anderen tierischen Produkten aufgenommen werden.

Aufsichtsbehörden, insbesondere die Kommission der Europäischen Union (EU), haben für den Dioxingehalt in Lebens- und Futtermitteln strenge Grenzwerte festgelegt. Labore in der Lebensmittelbranche und im Bereich der Lebensmittelsicherheit arbeiten üblicherweise gemäß einer der folgenden Verordnungen:

- VERORDNUNG (EU) 2017/644 DER KOMMISSION vom 5. April 2017 zur Festlegung der Probenahmeverfahren und Analysemethoden für die Kontrolle der Gehalte an Dioxinen, dioxinähnlichen PCB und nicht dioxinähnlichen PCB in bestimmten Lebensmitteln sowie zur Aufhebung der Verordnung (EU) Nr. 589/2014.
- VERORDNUNG (EU) 2017/771 DER KOMMISSION vom 3. Mai 2017 zur Änderung der Verordnung (EG) Nr. 152/2009 hinsichtlich der Verfahren zur Bestimmung der Gehalte an Dioxinen und polychlorierten Biphenylen.
- VERORDNUNG (EU) Nr. 589/2014 DER KOMMISSION vom 2. Juni 2014 zur Festlegung der Probenahmeverfahren und Analysemethoden für die Kontrolle der Gehalte an Dioxinen, dioxinähnlichen PCB und nicht dioxinähnlichen PCB in bestimmten Lebensmitteln sowie zur Aufhebung der Verordnung (EU) Nr. 252/2012.
- VERORDNUNG (EU) Nr. 709/2014 DER KOMMISSION vom 20. Juni 2014 zur Änderung der Verordnung (EG) Nr. 152/2009 hinsichtlich der Bestimmung der Gehalte an Dioxinen und polychlorierten Biphenylen.

Die ursprünglichen Methoden erforderten eine hohe Massenauflösung von $\geq 10\,000$, was mangels besserer Alternativen nur mittels GC/HRMS erzielt werden konnte. Diese Geräte sind teuer in der Wartung und erfordern für ihren Einsatz eine Reihe von hoch spezialisierten Fähigkeiten.

Die MS/MS-Technologie bietet viele Vorteile in Bezug auf Spezifität und Empfindlichkeit der HRMS-Methoden, ohne dass eine hohe Massenauflösung oder die Kosten und die Komplexität von HRMS-Geräten erforderlich ist. Eine Methode, die die GC/MS/MS (GC/TQ) zur Bestimmung von Dioxinen und Furanen verwendet, hat das Potential die Laborkosten zu senken.

Aufsichtsbehörden haben die Fähigkeiten von Tandem Quadrupol-Systemen zur wirksamen Identifizierung und Quantifizierung von Dioxin- und Furanverbindungen erkannt. Nach sorgfältiger Validierung durch die Kommission der Europäischen Union lassen die Verordnungen Nr. 589/2014 und Nr. 709/2014 die Verwendung von GC/TQ-Systemen für die Messung von Dioxin in Lebens- und Futtermitteln zu.^{1,2}

Die Agilent J&W DB-5ms Ultra Inert GC-Säule verfügt eine Selektivität, die einen Vorteil bei der Trennung von nicht-toxischen und toxischen 1,2,3,6,7,8-HxCDF-Isomeren bietet. Um die Isomere 1,2,3,4,7,8-HxCDF und 1,2,3,6,7,8-HxCDF ausreichend gut zu trennen, muss die Höhe des Tals zwischen den Isomerenpeaks < 25 % sein. Die herausragende Inertheit der J&W DB-5ms Ultra Inert GC-Säule liefert symmetrische Peaks, die für das Erfüllen dieses Kriteriums (Höhe des Tals kleiner 25 %) entscheidend sind.

Tabelle 1: Diese Tabelle fasst die GC-Gerätebedingungen³ zusammen, die für beide Fraktionen gleich sind. Der 7010 Triple Quadrupol wurde im MS/MS-EI (Elektronenstoß-Ionisation) Multiple Reaction Monitoring (MRM)-Modus betrieben. Das MS/MS wurde mit einer Massenauflösung bis auf eine Einheit betrieben, um eine ausreichende Auflösung für die Trennung von zwei Peaks zu erzielen, die einen Unterschied von einer Masseneinheit aufweisen, und um mögliche Störungen für relevante Analyten zu minimieren.

GC-Bedingungen				
Säule	DB-5ms Ultra Inert, 60 m × 0,25 mm ID× 0,25 µm			
Injektion	1 µl kalt, splitlos mit Druckluft/CO ₂ gekühlter MMI*			
Lösungsmittel	Nonan			
Einspritzblock-Liner	4 mm ID Ultra Inert, einseitig konischer Spitless-Liner, Glaswolle			
Einlasstemperaturprogramm	Rate	Temp.	Zeit	
	Anfangswert	60 °C	0,31 min	
	Rate 1	600 °C/min	330 °C	5 min
Trärgas	He, konstanter Fluss			
Purge-Fluss zur Splitentlüftung	60 ml/min bei 2,57 min			
Temperaturprogramm Ofen	Rate	Temp.	Zeit	
	Anfangswert	60 °C	1 min	
	Rate 1	30 °C/min	270 °C	1 min
	Rate 2	2 °C/min	310 °C	0 min
	Rate 3	5 °C/min	350 °C	0,5 min
MS-Transferlinientemperatur	280 °C			

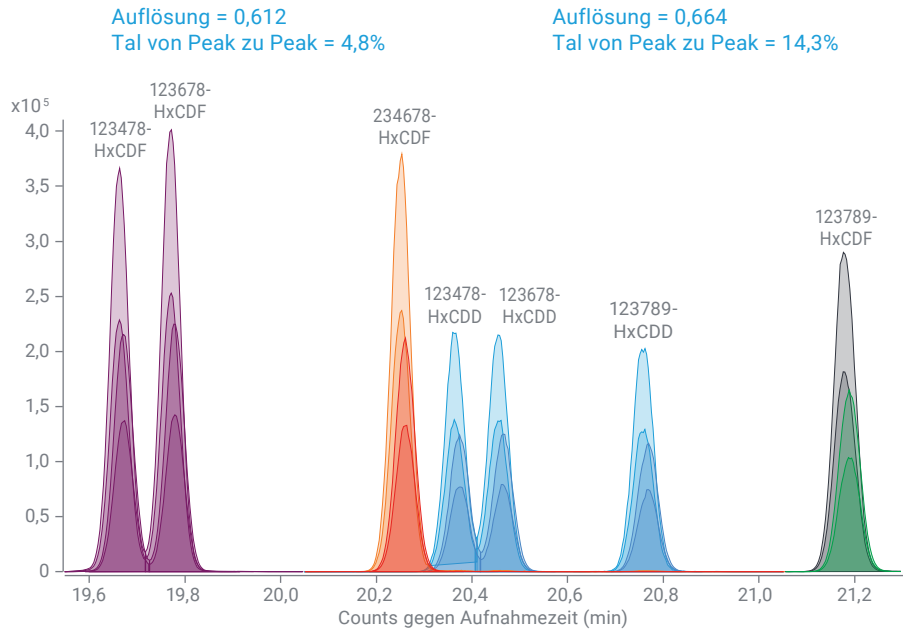


Abbildung 2: Chromatographische Trennung der Hexa-PCDD/F-Isomere (jeweils zwei Übergänge sowohl für die natürlichen als auch die C13-markierten Verbindungen; mit einer Konzentration in der Mitte des Kalibrierungsbereichs) unter Verwendung der Konfiguration in Abbildung 1 und den Methodenparametern in Tabelle 1 – gemäß der EU-Spezifikation mit einem Tal zwischen zwei Peaks < 25 %.

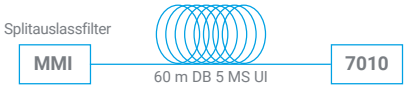


Abbildung 1: Schematische Darstellung des Agilent 8890 GC und Agilent 7010 Triple Quadrupol: eine GC/TQ-Konfiguration.³ Der GC der Serie 8890 ist mit einem luft- oder kohlenstoffdioxidgekühlten Multimode-Einlass (MMI) konfiguriert.

Literatur

1. [5990-6594EN](#) - Determination of Polychlorinated Dibenzo-p-dioxins (PCDD) and Polychlorinated Dibenzofurans (PCDF) in Foodstuffs and Animal Feed using the Agilent 7000 Triple Quadrupole GC/MS System
2. [5991-6590EN](#) - Validation of a Confirmatory GC/MS/MS Method for Dioxins and Dioxin-like PCB
3. Agilent G3881AA GC/TQ (GC/MS/MS)-Berichterstattungssoftware und Anleitung zum Arbeitsablauf mit analytischen Methoden für Dioxine, Furane und dioxinähnliche PCB in Lebens- und Futtermitteln.

MeineListe aller in dieser Tabelle aufgeführten Verbrauchsmaterialien für die Dioxinanalytik.

Beschreibung	Best.-Nr.
MeineListe für chemische Standards	
Prüfstandard-Kit für Dioxin-Analysesystem	G3440-85039
Mischung chlorierter Dibenzo-p-dioxine, 10 µg/ml, Toluol, 1 ml	RPE-065M-1
Mischung chlorierter Dibenzofurane, 10 µg/ml, Toluol, 1 ml	RPE-045M-1
2,3,7,8-Tetrachlordibenzo-p-dioxin, 50 µg/ml, Toluol, 1 ml	RPE-029S-1
Octachlordibenzo-p-dioxin, 50 µg/ml, Toluol, 1 ml	RPE-017S-1
2,3,7,8-Tetrachlordibenzofuran, 50 µg/ml, Toluol, 1 ml	RPE-037S-1
1,2,3,7,8-Pentachlordibenzofuran, 50 µg/ml, Toluol, 1 ml	RPE-042S-1
1,2,3,4,7,8-Hexachlordibenzofuran, 50 µg/ml, Toluol, 1 ml	RPE-043S-1
Octachlordibenzofuran, 50 µg/ml, Toluol, 1 ml	RPE-019S-1
MeineListe für GC-Säule und Retention-Gap	
DB-5ms Ultra Inert, 60 m x 0,25 mm, 0,25 µm	122-5562UI
Ultimate Plus deaktivierte Fused-Silica-Kapillare, 5 m, 0,25 mm†	CP802505
MeineListe für GC-Zubehör	
Purged Ultimate Union**	G3186B
Einlass-Liner, einseitig konischer Splitless-Liner, Glaswolle (4 mm ID)	5190-2293
Einlass-Septa, nicht klebend, Adv Green, 11 mm, 50 St.	5183-4759
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
Spritze für automatischen Flüssigprobengeber, 10 µl, feste Nadel, 23/42/Konus, Kolben mit PTFE-Spitze	G4513-80220
15 % Graphit / 85 % Vespel-Ferrulen, 0,4 mm ID, 10 St.	5181-3323
QuickPick Kit für vorbeugende Wartung, für Splitauslassfilter, enthält 1 Kartusche**	5181-6495
Säulenritzscheider, Keramik, 4 St.	5181-8836
Installationswerkzeug für Säulen	G1099-20030
Meine Liste für Probenflaschen und Verschlüsse	
Probenflasche, Schraubverschluss, braun, silanisiert, mit Beschriftungsfeld, zertifiziert, 2 ml, 100 St.	5183-2072
Probenflaschenverschluss für automatischen Flüssigprobengeber, Schraubverschluss, grün, Septa aus PTFE/rotem Silikon, 100 St.	5182-0718
Probenflascheneinsatz, 250 µl, Glas mit konischen Polymerfüßen, deaktiviert, 100 St., Einsatzgröße: 5,6 x 30 mm	5181-8872
Meine Liste für MS-Zubehör	
El-Filament (für 7000A/B/C/D, 5977B Inert Plus, 5977A Extraktor, inert oder Edelstahl und 5975 Systeme)	G7005-60061
HES-Filament für Agilent 7010 Triple Quadrupol GC/MS	G7002-60001
Meine Liste für Gasfilter	
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

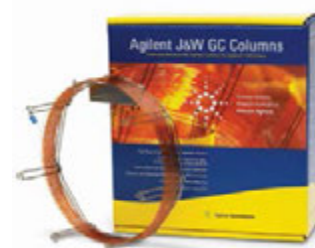
* Wenn Sie den Agilent Online Store zum ersten Mal benutzen, werden Sie zur Eingabe Ihrer E-Mail-Adresse aufgefordert, um das Kundenkonto zu bestätigen. Sollten Sie kein Konto bei Agilent registriert haben, müssen Sie dies zunächst unter www.agilent.com/en/promotions/onlinestore-videos tun. Diese Funktion ist nur in Regionen verfügbar, in denen E-Commerce möglich ist. Alle Artikel können auch über die üblichen Verkaufs- und Vertriebskanäle bestellt werden.

** Nicht verfügbar beim Online-Kauf. Bitte wenden Sie sich an Ihren Vertriebsmitarbeiter vor Ort.

† Wird empfohlen, wenn die Verschleppung der Probenmatrix ein Problem ist. Die Matrix kann eine Verschiebung der Retentionszeit, eine Verschlechterung der Peakformen des Chromatogramms und unter Umständen eine Kontamination der Ionenquelle des Massenspektrometers verursachen. Mit Backflushing wird vermieden, dass hochsiedende Matrixkomponenten in die analytische Säule gelangen, und so die Lebensdauer der Säule verlängert.

Bestellinformation für 7890/8890 GC-System

Diese Anleitung enthält Empfehlungen für Agilent-Produkte, die in dieser Analyse verwendet wurden, sodass Sie schnell finden, wonach Sie suchen. Klicken Sie auf die Links MeineListe* im Tabellenkopf, um Artikel der Tabelle Ihrer Liste „Produktfavoriten“ im Agilent Online Store hinzuzufügen. Geben Sie dann die Menge der benötigten Produkte ein. Ihre Liste bleibt unter „Produktfavoriten“ für Sie zur Verwendung bei künftigen Bestellungen erhalten.



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

Deutschland

0800-603 1000

CustomerCare_Germany@agilent.com

Europa

info_agilent@agilent.com

Asien und Pazifik

inquiry_lsca@agilent.com