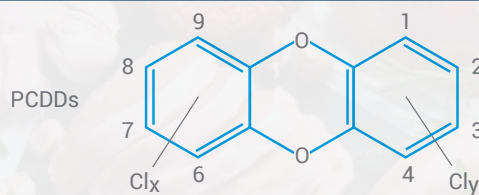
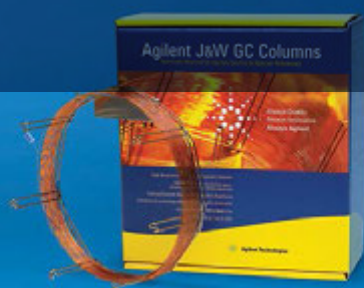


Análisis de dioxinas en alimentos y piensos mediante GC/MS

Guía de pedidos para el flujo de trabajo con consumibles



Dibenzo-p-dioxinas policloradas (PCDD) y dibenzofuranos policlorados (PCDF) en los alimentos

Las dioxinas y los PCB similares a dioxinas son tanto contaminantes medioambientales como contaminantes orgánicos persistentes que se originan como subproductos de procesos industriales como el blanqueado de papel, la fabricación de pesticidas y la incineración de residuos. Estos compuestos se acumulan en la cadena alimentaria, principalmente en el tejido graso de los animales y pueden ser ingeridos al comer carne, lácteos, pescado y otros productos animales.

Los organismos reguladores, en especial la Comisión Europea (CE), han impuesto estrictos límites sobre la concentración de dioxinas en los alimentos. Los laboratorios del mercado de la alimentación y la seguridad alimentaria suelen seguir una de las normativas que se indican a continuación:

- REGLAMENTO (UE) 2017/644 DE LA COMISIÓN de 5 de abril de 2017 por el que se establecen métodos de muestreo y análisis para el control de los niveles de dioxinas, PCB similares a las dioxinas y PCB no similares a las dioxinas en determinados productos alimenticios y se deroga el Reglamento (UE) n.º 589/2014.
- REGLAMENTO (UE) 2017/771 DE LA COMISIÓN del 3 de mayo de 2017, por el que se modifica el Reglamento (CE) n.º 152/2009 en lo que respecta a los métodos para la determinación de los niveles de dioxinas y bifenilos policlorados.
- REGLAMENTO (UE) n.º 589/2014 DE LA COMISIÓN del 2 de junio de 2014, por el que se establecen métodos de muestreo y análisis para el control de los niveles de dioxinas, PCB similares a las dioxinas y PCB no similares a las dioxinas en determinados productos alimenticios y se deroga el Reglamento (UE) n.º 252/2012.
- REGLAMENTO (UE) N° 709/2014 DE LA COMISIÓN del 20 de junio de 2014, por el que se modifica el Reglamento (CE) n° 152/2009 en lo que respecta a la determinación de los niveles de dioxinas y bifenilos policlorados.

Los métodos originales requerían una alta resolución de masa ≥ 10.000 , que solo podía lograrse utilizando GC/HRMS debido a la falta de mejores alternativas. Estos instrumentos son caros de mantener y requieren un conjunto de habilidades altamente especializadas para su uso.

La tecnología MS/MS ofrece muchas de las ventajas de especificidad y sensibilidad de los métodos HRMS sin necesidad de una alta resolución de masas, ni del coste y la complejidad de los instrumentos HRMS. Un método que utiliza GC/MS/MS (GC/TQ) para la determinación de dioxinas y furanos tiene el potencial de reducir los costes del laboratorio.

Los organismos de regulación están reconociendo la capacidad de los sistemas de cuadrupolo en tándem para identificar y cuantificar eficazmente los compuestos de dioxinas y furanos. Después de una cuidadosa validación, los Reglamentos de la Comisión de la Unión Europea n° 589/2014 y n° 709/2014 permitieron el uso de GC/TQ para las mediciones de dioxinas en alimentos y piensos^{1,2}.

La columna para GC J&W DB-5ms Ultra Inert de Agilent tiene una selectividad que proporciona una ventaja para la separación de los isómeros no tóxicos y tóxicos del 1,2,3,6,7,8- HxCDF. Para separar suficientemente los isómeros 1,2,3,4,7,8-HxCDF y 1,2,3,6,7,8-HxCDF, la altura del valle entre los picos de los isómeros debe ser < 25 %. El superior carácter inerte de la columna para GC Agilent DB-5ms J&W Ultra Inert produce picos simétricos, lo que es fundamental para lograr este criterio de 25 % de valle.

Tabla 1. Esta tabla enumera las condiciones de los instrumentos de GC³, que son comunes para ambas fracciones. El sistema 7010 de triple cuadrupolo se utilizó en modo MS/MS-EI (ionización por impacto electrónico) de monitorización de reacciones múltiples (MRM). La MS/MS también se ejecutó con resolución de masa unitaria para obtener una resolución suficiente para separar dos picos con una unidad de masa de diferencia, y para minimizar las posibles interferencias en los analitos de interés.

Condiciones de GC			
Columna	Columna Agilent J&W DB-5ms Ultra Inert 60 m × 0,25 mm d. i. × 0,25 µm		
Inyección	1 µl en frío splitless con MMI* de aire comprimido/ refrigerado con CO ₂		
Disolvente	n-nonano		
Liner del puerto de inyección	Ultra Inerte de 4 mm d. i., splitless, una sola punta, lana de vidrio		
Programa de temperatura del inyector	Vel	Temp	Tiempo
	Inicial	60 °C	0,31 min
	Vel 1	600 °C/min	330 °C 5 min
Gas portador	He, flujo constante		
Flujo de purga hacia la purga de split	60 ml/min a los 2,57 min		
Programa del horno	Vel	Temp	Tiempo
	Inicial	60 °C	1 min
	Vel 1	30 °C/min	270 °C 1 min
	Vel 2	2 °C/min	310 °C 0 min
	Vel 3	5 °C/min	350 °C 0,5 min
Temperatura de la línea de transferencia de MS	280 °C		

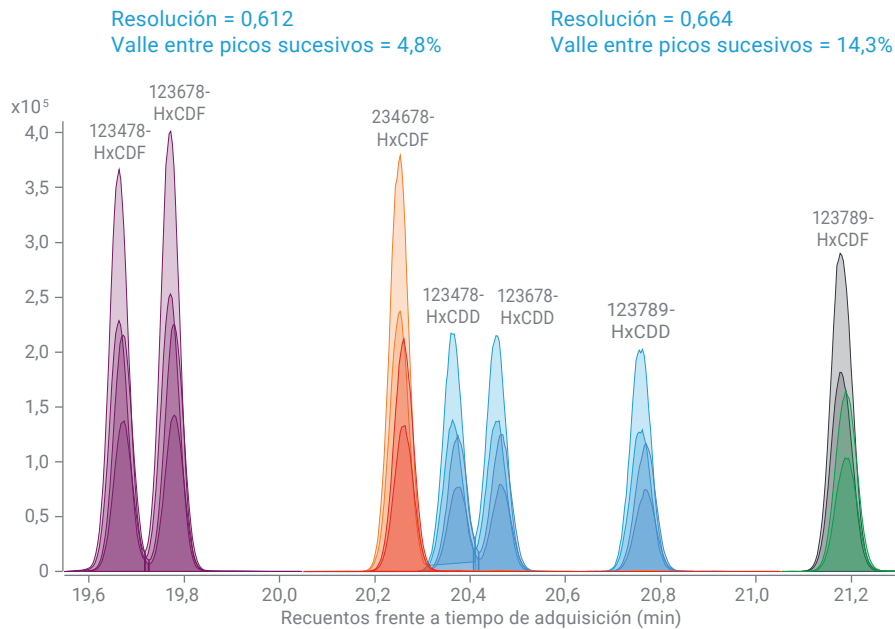


Figura 2. Separación cromatográfica de los isómeros de hexa-PCDD/F (dos transiciones para los compuestos nativos y los marcados con C13; a un nivel de calibración de punto medio) utilizando la configuración de la Figura 1 y los parámetros del método de la Tabla 1, conforme a las especificaciones de la UE de < 25 % de valle entre picos.



Figura 1. Diagrama esquemático del sistema GC Agilent 8890 y del sistema de triple cuadrupolo Agilent 7010, una configuración GC/TQ³. El sistema GC de la serie 8890 está configurado con una entrada multimodo (MMI) refrigerada por aire o dióxido de carbono.

Referencias

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) Reporting Software and Workflow Guide with analytical methods for Dioxins, Furans, and Dioxin-like PCBs in Food and Feed.

Mi lista de todos los consumibles para el análisis de dioxinas que figuran en la tabla.

Descripción	Referencia
Mi lista de patrones químicos	
Kit de patrón de comprobación del analizador de dioxinas	G3440-85039
Mezcla de dibenzo-p-dioxinas cloradas, 10 µg/ml, tolueno, 1 ml	RPE-065M-1
Mezcla de dibenzofuranos clorados, 10 µg/ml, tolueno, 1 ml	RPE-045M-1
2,3,7,8-tetraclorodibenzo-p-dioxina, 50 µg/ml, tolueno, 1 ml	RPE-029S-1
Octaclorodibenzo-p-dioxina, 50 µg/ml, tolueno, 1 ml	RPE-017S-1
2,3,7,8-tetraclorodibenzofurano, 50 µg/ml, tolueno, 1 ml	RPE-037S-1
1,2,3,7,8-pentaclorodibenzofurano, 50 µg/ml, tolueno, 1 ml	RPE-042S-1
1,2,3,4,7,8-hexaclorodibenzofurano, 50 µg/ml, tolueno, 1 ml	RPE-043S-1
Octaclorodibenzofurano, 50 µg/ml, tolueno, 1 ml	RPE-019S-1
Mi lista de columna para GC y pre-columna de retención	
Columna Agilent DB-5ms J&W Ultra Inert, 60 m x 0,25 mm, 0,25 µm	122-5562UI
Tubo de sílice fundida desactivada Ultimate Plus, 5 m, 0,25 mm [†]	CP802505
Mi lista de consumibles para GC	
Unión Ultimate purgada**	G3186B
Liner, Ultra Inert, splitless, una sola punta, lana de vidrio (4 mm d. i.)	5190-2293
Séptum para inyector Advanced Green antiadherente de 11 mm, 50/paq.	5183-4759
Sello de oro Ultra Inert con arandela, 1/paq.	5190-6144
Sello de oro Ultra Inert con arandela, 10/paq.	5190-6145
Tuerca de columna de autoapriete, con collarín, inyector	G3440-81011
Tuerca de columna de autoapriete, con collarín, MSD	G3440-81013
Jeringa ALS, Blue Line, 10 µl, aguja fija, 23/42/cono, émbolo con punta de PTFE	G4513-80220
Férrulas, 15 % grafito/85 % Vespel, 0,4 mm de d. i., 10/paq.	5181-3323
Kit de mantenimiento preventivo QuickPick, para trampa para la purga de split, incluye 1 cartucho**	5181-6495
Cortador de columna con marcador de cerámica, 4/paq.	5181-8836
Herramienta de instalación de columnas	G1099-20030
Mi lista de viales y tapones	
Vial, tapón de rosca, ámbar, silanizado, zona de escritura, certificado, 2 ml, 100/paq.	5183-2072
Tapón de vial para ALS, de rosca, verde, séptum de PTFE/silicona roja, 100/paq.	5182-0718
Inserto de vial, 250 µl, vidrio cónico con pies de polímero, desactivado, 100/paq. Tamaño del inserto: 5,6 x 30 mm	5181-8872
Mi lista de consumibles para MS	
Filamento de EI (para sistemas 7000A/B/C/D, 5977B Inert Plus, 5977A con fuente extractora, inerte o de acero inoxidable y sistemas 5975)	G7005-60061
Filamento HES para el sistema GC/MS 7010 de triple cuadrupolo	G7002-60001
Mi lista de filtros de gas	
Kit de purificación de gases para gas portador, para sistemas 7890	CP17988
Kit de purificación de gases para gas portador, para sistemas 8890 y 8860	CP179880
Purificador de gas para gas portador, cartucho de repuesto	CP17973

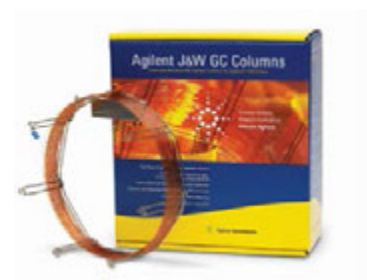
* Si es la primera vez que utiliza la tienda en línea de Agilent, se le pedirá que introduzca su dirección de correo electrónico para verificar su cuenta. Si no tiene una cuenta registrada de Agilent, tendrá que registrarse en www.agilent.com/en/promotions/onlinestore-videos para obtener una. Esta función solo es válida en las regiones que tengan habilitado el comercio electrónico. Todos los artículos se pueden pedir también a través de sus canales habituales de venta y distribución.

**No se puede comprar en línea. Póngase en contacto con su representante de ventas local de Agilent.

[†] Recomendado si el arrastre de la matriz de la muestra supone un problema. La matriz puede provocar una deriva del tiempo de retención, la pérdida de las formas de los picos cromatográficos y la eventual contaminación de la fuente de iones del espectrómetro de masas. El retroflujo evita que los componentes de la matriz de alto punto de ebullición entren en la columna analítica, lo que prolonga la vida útil de la columna.

Información para pedidos del sistema GC 7890/8890

En esta guía se ofrecen recomendaciones para productos de Agilent usados en este análisis, de modo que pueda encontrar rápidamente lo que busca. Haga clic en los vínculos de Mi lista* en el encabezado para añadir los elementos a su lista "Productos favoritos" de la tienda en línea de Agilent. Después, introduzca las cantidades que necesita de cada producto. Su lista permanecerá guardada en "Productos favoritos" para que pueda usarla para futuros pedidos.



Agilent CrossLab: conocimientos reales, resultados reales

Agilent CrossLab va más allá de los instrumentos: integra servicios, consumibles y gestión de recursos para todo el laboratorio. De este modo, su laboratorio puede mejorar la eficiencia, optimizar el funcionamiento, aumentar el tiempo de actividad de los instrumentos, desarrollar las habilidades de los usuarios y mucho más.

Para obtener más información acerca de Agilent CrossLab y conocer ejemplos de casos en los que se han conseguido grandes resultados, visite www.agilent.com/crosslab

España

901 11 68 90

customercare_spain@agilent.com

Europa

info_agilent@agilent.com

Asia-Pacífico

inquiry_lsca@agilent.com

DE44342.5860300926

Esta información está sujeta a cambios sin previo aviso.

© Agilent Technologies, Inc. 2021
Publicado en EE. UU. el 4 de junio de 2021
5994-3649ES