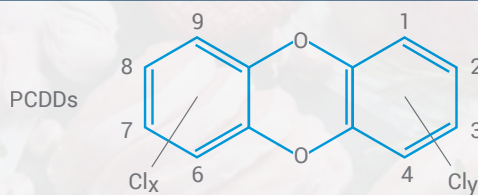
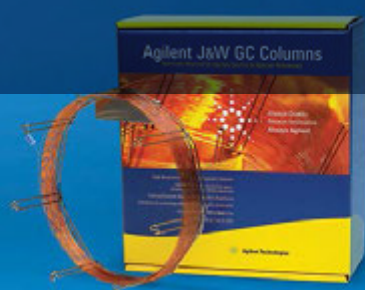


# Analisi delle diossine in alimenti e mangimi tramite GC/MS

Guida per ordinare prodotti di consumo per il flusso di lavoro



## Policlorodibenzo-p-diossine (PCDD) e policlorodibenzofurani (PCDF) negli alimenti

Diossine e PCB diossina-simili rientrano nelle categorie degli inquinanti ambientali e degli inquinanti organici persistenti (POP) e sono sottoprodotti di processi industriali quali lo sbiancamento della carta, la produzione di pesticidi e l'incenerimento dei rifiuti. Si tratta di composti che si accumulano nella catena alimentare, in particolare nei tessuti adiposi degli animali, e che possono essere ingeriti in seguito al consumo di carne, latticini, pesce e altri prodotti di origine animale.

Gli enti regolatori, in particolare la Commissione dell'Unione europea (UE), hanno imposto limiti severi ai livelli di diossine negli alimenti e nei mangimi. I laboratori che operano nel settore alimentare e della sicurezza alimentare in genere si conformano a uno dei seguenti regolamenti:

- REGOLAMENTO (UE) 2017/644 DELLA COMMISSIONE del 5 aprile 2017, che stabilisce i metodi di campionamento e di analisi per il controllo dei livelli di diossine, PCB diossina-simili e PCB non diossina-simili in alcuni prodotti alimentari e che abroga il regolamento (UE) n. 589/2014.
- REGOLAMENTO (UE) 2017/771 DELLA COMMISSIONE del 3 maggio 2017, che modifica il regolamento (CE) n. 152/2009 per quanto riguarda i metodi per la determinazione dei livelli di diossine e policlorobifenili.
- REGOLAMENTO (UE) N. 589/2014 DELLA COMMISSIONE del 2 giugno 2014, che stabilisce i metodi di campionamento e di analisi per il controllo dei livelli di diossine, PCB diossina-simili e PCB non diossina-simili in alcuni prodotti alimentari e che abroga il regolamento (UE) n. 252/2012.
- REGOLAMENTO (UE) DELLA COMMISSIONE N. 709/2014 del 20 giugno 2014, che modifica il regolamento (CE) n. 152/2009 per quanto riguarda la determinazione dei livelli di diossine e policlorobifenili.

I metodi originali richiedevano un'alta risoluzione di massa  $\geq 10.000$ , ottenibile esclusivamente mediante GC/HRMS a causa della mancanza di alternative migliori. La manutenzione di questi strumenti è costosa e il loro funzionamento richiede un insieme di competenze altamente specialistiche.

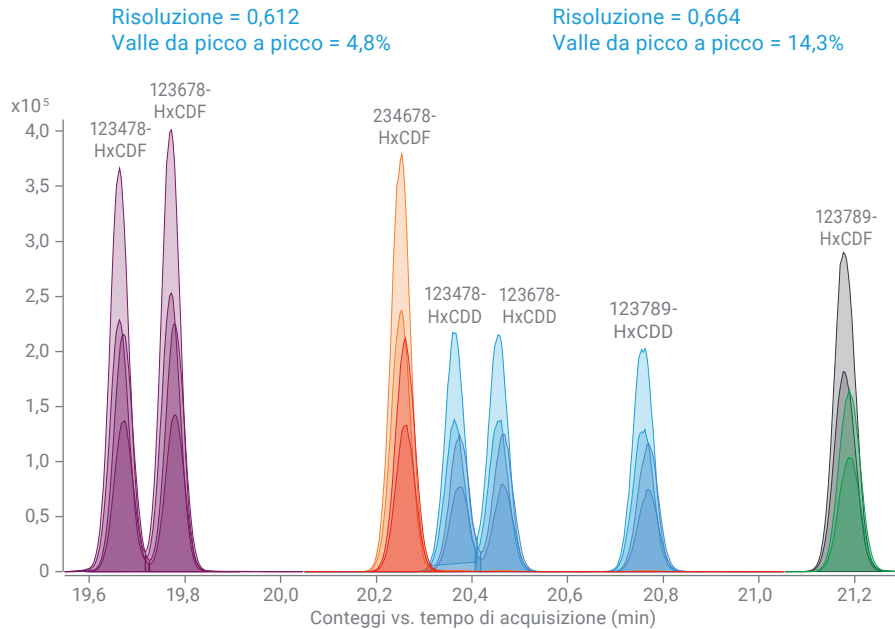
La tecnologia MS/MS offre molti dei vantaggi in termini di specificità e sensibilità dei metodi HRMS ma senza la necessità di un'alta risoluzione di massa e senza i costi e la complessità degli strumenti HRMS. Un metodo basato su GC/MS/MS (GC/TQ) per la determinazione di diossine e furani è potenzialmente in grado di ridurre i costi per il laboratorio.

Gli enti regolatori riconoscono come i sistemi a quadrupolo tandem siano in grado di identificare e quantificare in modo efficiente diossine e furani preoccupanti. Dopo attenta validazione, i regolamenti della Commissione dell'Unione europea n. 589/2014 e n. 709/2014 hanno autorizzato l'uso dei sistemi GC/TQ per le misurazioni delle diossine in alimenti e mangimi.<sup>1,2</sup>

La colonna Agilent J&W DB-5ms Ultra Inert per GC possiede una selettività che si rivela vantaggiosa per la separazione di isomeri 1,2,3,6,7,8-HxCDF non tossici e tossici. Per ottenere una separazione sufficiente tra gli isomeri 1,2,3,4,7,8-HxCDF e 1,2,3,6,7,8-HxCDF, l'altezza della valle tra i picchi degli isomeri deve essere < 25%. L'inerzia superiore della colonna Agilent J&W DB-5ms Ultra Inert per GC genera picchi simmetrici, fondamentali per soddisfare il criterio del 25% massimo per la valle.

**Tabella 1.** In questa tabella sono elencate le condizioni strumentali GC<sup>3</sup> comuni a entrambe le frazioni. Il triplo quadrupolo 7010 operava in modalità di monitoraggio di reazioni multiple (MRM) MS/MS-EI (ionizzazione elettronica). Il sistema MS/MS, inoltre, è stato fatto funzionare a risoluzione di massa unitaria per ottenere una risoluzione sufficiente a separare due picchi distanti una sola unità di massa e per ridurre al minimo le possibili interferenze sugli analiti di interesse.

| Condizioni GC                           |                                                                       |             |                |
|-----------------------------------------|-----------------------------------------------------------------------|-------------|----------------|
| Colonna                                 | DB-5ms Ultra Inert, 60 m × 0,25 mm d.i. × 0,25 µm                     |             |                |
| Iniezione                               | 1 µL in splitless a freddo con MMI raffreddato ad aria compressa/CO2* |             |                |
| Solvente                                | Nonano                                                                |             |                |
| Liner porta di iniezione                | Ultra Inert, 4 mm d.i., splitless, conicità singola, lana di vetro    |             |                |
| Programma di temperatura dell'iniettore | Tasso                                                                 | Temperatura | Tempo          |
|                                         | Iniziale                                                              | 60 °C       | 0,31 min       |
|                                         | Tasso 1                                                               | 600 °C/min  | 330 °C 5 min   |
| Carrier gas                             | He, flusso costante                                                   |             |                |
| Flusso di spurgo allo split vent        | 60 mL/min a 2,57 min                                                  |             |                |
| Programma del forno                     | Tasso                                                                 | Temperatura | Tempo          |
|                                         | Iniziale                                                              | 60 °C       | 1 min          |
|                                         | Tasso 1                                                               | 30 °C/min   | 270 °C 1 min   |
|                                         | Tasso 2                                                               | 2 °C/min    | 310 °C 0 min   |
|                                         | Tasso 3                                                               | 5 °C/min    | 350 °C 0,5 min |
| Temperatura transfer line MS            | 280 °C                                                                |             |                |



**Figura 2.** Separazione cromatografica degli isomeri esa-PCDD/F (due transizioni sia per i composti nativi che per quelli marcati con C13; a un livello di calibrazione intermedio) con la configurazione della Figura 1 e i parametri del metodo in Tabella 1; conformità alle specifiche UE che prevedono una valle da picco a picco < 25%.



**Figura 1.** Diagramma schematico dei sistemi GC Agilent 8890 e Agilent 7010 a triplo quadrupolo, una configurazione GC/TQ.<sup>3</sup> Il sistema GC serie 8890 è configurato con un iniettore multimode (MMI) raffreddato ad aria o diossido di carbonio.

## Bibliografia

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.

## Il mio elenco di tutte i prodotti di consumo per l'analisi delle diossine elencate nella tabella.

| Descrizione                                                                                                              | Codice      |
|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-------------|
| <b>Il mio elenco di standard chimici</b>                                                                                 |             |
| Kit di standard di controllo per analizzatore di diossine                                                                | G3440-85039 |
| Miscela di dibenzo-p-diossine clorate, 10 µg/mL, toluene, 1 mL                                                           | RPE-065M-1  |
| Miscela di dibenzofurani clorurati, 10 µg/mL, toluene, 1 mL                                                              | RPE-045M-1  |
| 2,3,7,8-tetraclorodibenzo-p-diossina, 50 µg/mL, toluene, 1 mL                                                            | RPE-029S-1  |
| Ottaclorodibenzo-p-diossina, 50 µg/mL, toluene, 1 mL                                                                     | RPE-017S-1  |
| 2,3,7,8-tetraclorodibenzofurano, 50 µg/mL, toluene, 1 mL                                                                 | RPE-037S-1  |
| 1,2,3,7,8-pentaclorodibenzofurano, 50 µg/mL, toluene, 1 mL                                                               | RPE-042S-1  |
| 1,2,3,4,7,8-esaclorodibenzofurano, 50 µg/mL, toluene, 1 mL                                                               | RPE-043S-1  |
| Ottaclorodibenzofurano, 50 µg/mL, toluene, 1 mL                                                                          | RPE-019S-1  |
| <b>Il mio elenco di colonne per GC e retention gap</b>                                                                   |             |
| Colonna Agilent J&W DB-5ms Ultra Inert, 60 m x 0,25 mm, 0,25 µm                                                          | 122-5562UI  |
| Tubo in silice fusa disattivata Ultimate Plus, 5 m, 0,25 mm <sup>†</sup>                                                 | CP802505    |
| <b>Il mio elenco di prodotti di consumo per GC</b>                                                                       |             |
| Raccordo purged Ultimate**                                                                                               | G3186B      |
| Liner, Ultra Inert, splitless, conicità singola, lana di vetro, (d.i. 4 mm)                                              | 5190-2293   |
| Setti per iniettore non-stick Advanced Green, 11 mm, 50/conf.                                                            | 5183-4759   |
| Guarnizione dorata Ultra Inert, con rondella, 1/conf.                                                                    | 5190-6144   |
| Guarnizione dorata Ultra Inert, con rondella, 10/conf.                                                                   | 5190-6145   |
| Dado autoserrante per colonna, con collare, iniettore                                                                    | G3440-81011 |
| Dado autoserrante per colonna, con collare, MSD                                                                          | G3440-81013 |
| Siringa per ALS, Blue Line, 10 µL, ago fisso, 23/42/cono, pistone con punta in PTFE                                      | G4513-80220 |
| Ferrule 15% grafite/85% Vespel, d.i. 0,4 mm, 10/conf.                                                                    | 5181-3323   |
| Kit di manutenzione preventiva QuickPick, per trappola di spurgo split, include 1 cartuccia**                            | 5181-6495   |
| Attrezzo tagliacolonne in materiale ceramico, 4/conf.                                                                    | 5181-8836   |
| Attrezzo di installazione colonne                                                                                        | G1099-20030 |
| <b>Il mio elenco di vial e tappi</b>                                                                                     |             |
| Vial, chiusura a vite, ambrato, silanizzato, con etichetta scrivibile, certificato, 2 mL, 100/conf.                      | 5183-2072   |
| Tappo vial per ALS, a vite, verde, setti in PTFE/silicone rosso, 100/conf.                                               | 5182-0718   |
| Inserto per vial, 250 µL, conico in vetro con supporto polimerico, deattivato, 100/conf. Dimensioni inserto: 5,6 x 30 mm | 5181-8872   |
| <b>Il mio elenco di prodotti di consumo per MS</b>                                                                       |             |
| Filamento EI (per 7000A/B/C/D, 5977B Inert Plus, estrattore 5977A, inerte o acciaio inossidabile e sistemi 5975)         | G7005-60061 |
| Filamento HES per sistema GC/MS a triplo quadrupolo Agilent 7010                                                         | G7002-60001 |
| <b>Il mio elenco di filtri gas</b>                                                                                       |             |
| Kit Gas Clean per gas di trasporto per 7890                                                                              | CP17988     |
| Kit Gas Clean per gas di trasporto per 8890 e 8860                                                                       | CP179880    |
| Cartuccia di ricambio per purificatore del gas di trasporto Gas Clean                                                    | CP17973     |

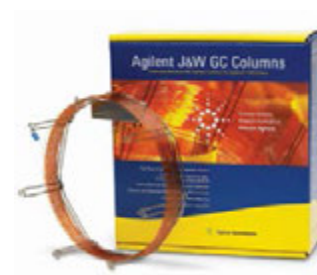
\* Se è la prima volta che utilizzi Agilent Online Store, dovrai inserire il tuo indirizzo e-mail per la verifica dell'account. Se non disponi di un account Agilent registrato, dovrai registrarne uno all'indirizzo [www.agilent.com/en/promotions/onlinestore-videos](http://www.agilent.com/en/promotions/onlinestore-videos). Questa funzione è disponibile soltanto nelle regioni in cui è abilitato l'e-commerce. Tutti gli articoli possono essere ordinati anche tramite i normali canali di vendita e distribuzione.

\*\* Non disponibile per l'acquisto online. Rivolgerti al rappresentante locale.

<sup>†</sup> Consigliato in caso di problemi di effetto memoria della matrice del campione. La matrice può causare spostamento dei tempi di ritenzione, deterioramento delle forme dei picchi cromatografici e in ultimo contaminazione della sorgente ionica dello spettrometro di massa. Il backflush impedisce l'ingresso nella colonna analitica dei componenti altobollenti della matrice, prolungando quindi la durata della colonna.

## Informazioni per gli ordini per il sistema GC 7890/8890

Questa guida fornisce indicazioni sui prodotti Agilent utilizzati in questa analisi per permetterti di trovare rapidamente ciò che stai cercando. Fai clic sul collegamento Il mio elenco\* nell'intestazione per aggiungere articoli al tuo elenco "Prodotti preferiti" in Agilent Online Store, quindi inserisci le quantità dei prodotti di cui hai bisogno. L'elenco rimarrà tra i "Prodotti preferiti" in modo che tu possa disporne per gli ordini futuri.



## Agilent CrossLab: competenza reale, risultati concreti

Agilent CrossLab non offre solo strumenti ma servizi, prodotti di consumo e gestione delle risorse del laboratorio. Il tuo laboratorio può così migliorare la propria efficienza, ottimizzare le operazioni, aumentare il tempo di operatività degli strumenti, sviluppare le competenze degli utilizzatori e molto altro ancora.

Maggiori informazioni su Agilent CrossLab, oltre ad esempi pratici che si traducono in ottimi risultati, sono disponibili all'indirizzo

[www.agilent.com/crosslab](http://www.agilent.com/crosslab)

Italia

**numero verde 800 012 575**

[customercare\\_italy@agilent.com](mailto:customercare_italy@agilent.com)

Europa

[info\\_agilent@agilent.com](mailto:info_agilent@agilent.com)

Asia Pacifico

[inquiry\\_lsca@agilent.com](mailto:inquiry_lsca@agilent.com)

DE44342.5860300926

Le informazioni fornite possono variare senza preavviso.

© Agilent Technologies, Inc. 2021  
Pubblicato negli Stati Uniti, 4 giugno 2021  
5994-3649ITE