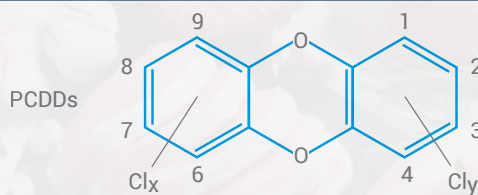
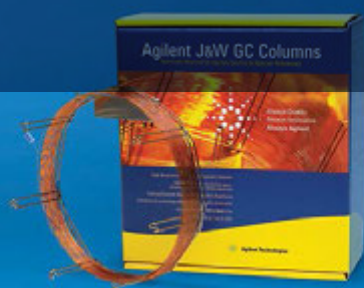


Análise de dioxinas em alimentos e rações usando GC/MS

Guia de pedidos para o fluxo de trabalho de consumíveis



Dibenzo-p-dioxinas policloradas (PCDD) e dibenzofuranos policlorados (PCDF) em alimentos

Dioxinas e PCBs semelhantes a dioxinas são contaminantes ambientais e poluentes orgânicos persistentes (POPs) que se originam como subprodutos de processos industriais, como branqueamento de papel, fabricação de pesticidas e incineração de resíduos. Esses compostos se acumulam na cadeia alimentar, principalmente no tecido adiposo de animais, e podem ser ingeridos com o consumo de carnes, laticínios, peixes e outros produtos de origem animal.

Agências regulatórias, especialmente a comissão da União Europeia (UE), impuseram limites estritos referente aos níveis de dioxina em alimentos para animais e rações. Os laboratórios no mercado de alimentos e de segurança alimentar geralmente seguem um dos regulamentos listados abaixo:

- REGULAMENTO DA COMISSÃO (UE) 2017/644, de 5 de abril de 2017, estabelece métodos de amostragem e análise para controle dos níveis de dioxinas, PCB semelhantes a dioxinas e PCB não semelhantes a dioxinas em certos alimentos e revoga o Regulamento (UE) n.º 589/2014.
- REGULAMENTO DA COMISSÃO (UE) 2017/771, de 3 de maio de 2017, que altera o Regulamento (CE) n.º 152/2009 no que diz respeito aos métodos de determinação dos níveis de dioxinas e bifenilas policloradas.
- REGULAMENTO DA COMISSÃO (UE) n.º 589/2014, de 2 de junho de 2014, estabelece métodos de amostragem e análise para controle dos níveis de dioxinas, PCB semelhantes a dioxinas e PCB não semelhantes a dioxinas em certos alimentos e revoga o Regulamento (UE) n.º 252/2012.
- REGULAMENTO DA COMISSÃO (UE) n.º 709/2014, de 20 de junho de 2014, que altera o Regulamento (CE) n.º 152/2009 no que diz respeito à determinação dos níveis de dioxinas e bifenilas policloradas.

Métodos originais requerem uma alta resolução de massas ≥ 10.000 , que poderia ser alcançada apenas com o uso de um GC/HRMS, devido à falta de melhores alternativas. A manutenção desses instrumentos é cara e eles requerem habilidades altamente especializadas para a operação.

A tecnologia MS/MS oferece muitas das vantagens de especificidade e sensibilidade dos métodos HRMS sem a necessidade de alta resolução de massas ou o custo e a complexidade dos instrumentos HRMS. Um método usando GC/MS/MS (GC/TQ) para determinação de dioxinas e furanos tem o potencial de reduzir os custos do laboratório.

As agências regulatórias estão reconhecendo a capacidade dos sistemas quadrupolo em tandem de identificar e quantificar os compostos de dioxina e furano de forma eficaz. Após uma validação cuidadosa, os regulamentos da comissão da União Europeia n.º 589/2014 e n.º 709/2014, permitiram que GC/TQs sejam usados para medições de dioxinas em alimentos e rações.^{1,2}

A coluna para GC Agilent J&W DB-5ms Ultra Inert tem uma seletividade que fornece uma vantagem para a separação dos isômeros 1,2,3,6,7,8-HxCDF tóxicos e não tóxicos. Para separar suficientemente os isômeros 1,2,3,4,7,8-HxCDF e 1,2,3,6,7,8-HxCDF, a altura do vale entre os picos dos isômeros deve ser <25%. A inércia superior da coluna para GC J&W DB-5ms Ultra Inert produz picos simétricos, essenciais para atingir o critério de vale de 25%.

Tabela 1. Esta tabela lista as condições instrumentais do GC³, que são comuns para ambas as frações. O 7010 triplo quadrupolo foi operado no modo de monitoramento de reações múltiplas (MRM) do MS/MS-EI (ionização por elétrons). O MS/MS também foi executado com resolução de massa unitária para obter resolução suficiente para a separação dos dois picos por uma unidade de massa, e para minimizar possíveis interferências nos analitos de interesse.

Condições do GC			
Coluna	DB-5ms Ultra Inert 60 m x 0,25 mm id x 0,25 µm		
Injeção	1 µL splitless a frio usando ar comprimido/CO2 MMI resfriado*		
Solvente	Nonano		
Liner da porta de injeção	4 mm de DI Ultra Inert, splitless, cone único, lã de vidro		
Programa de temperatura do injetor	Taxa	Temperatura	Tempo
	Inicial	60°C	0,31 min
	Taxa 1	600°C/min	330°C 5 min
Gás de arraste	He, fluxo constante		
Fluxo de purga para split vent	60 mL/min em 2,57 min		
Programa do forno	Taxa	Temperatura	Tempo
	Inicial	60°C	1 min
	Taxa 1	30°C/min	270°C 1 min
	Taxa 2	2°C/min	310°C 0 min
	Taxa 3	5°C/min	350°C 0,5 min
Temperatura da linha de transferência do MS	280°C		

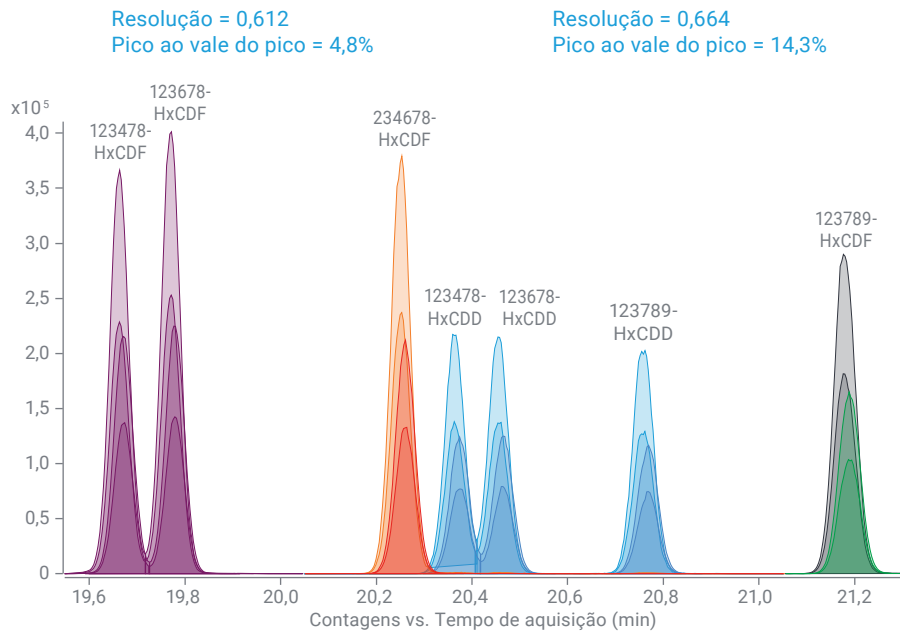


Figura 2. Separação cromatográfica dos isômeros hexa-PCDD/F (duas transições para compostos nativos e marcados com C13; em um ponto médio de calibração) usando configuração mostrada na Figura 1 e os parâmetros de método da Tabela 1, em conformidade com as especificações da UE de <25% entre o vale do pico e o pico.

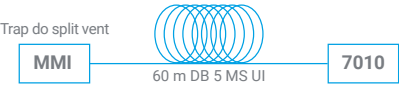


Figura 1. Diagrama esquemático da configuração GC/TQ com o GC Agilent 8890 e o Agilent 7010 triplo quadrupolo.³ O GC série 8890 foi configurado com um injetor multimodal (MMI) resfriado a ar ou dióxido de carbono.

Referências

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.

MyList de todos os consumíveis para a análise de dioxinas listados na tabela.

Descrição	Número da parte
MyList de padrões químicos	
Kit de padrão de verificação para o analisador de dioxinas	G3440-85039
Mistura de dibenzo-p-dioxina clorada, 10 µg/mL, tolueno, 1 mL	RPE-065M-1
Mistura de dibenzofurano clorado, 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
MyList de colunas para GC e colunas de retenção	
DB-5ms Ultra Inert, 60 m x 0,25 mm, 0,25 µm	122-5562UI
Tubulação de sílica fundida desativada Ultimate Plus, 5 m, 0,25 mm [†]	CP802505
MyList de consumíveis de GC	
Purged Ultimate Union**	G3186B
Liner, Ultra Inert, splitless, cone único, lã de vidro (4 mm de DI)	5190-2293
Septos de injetor verde avançado antiaderente, 11 mm, 50/pacote	5183-4759
Selo de ouro Ultra Inert com arruela, 1/pacote	5190-6144
Selo de ouro Ultra Inert com arruela, 10/pacote	5190-6145
Porca para coluna com ajuste automático, com colar, injetor	G3440-81011
Porca para coluna com ajuste automático, com colar, MSD	G3440-81013
Seringa ALS, Blue Line, 10 µL, agulha fixa, 23/42/cone, êmbolo com ponteira de PTFE	G4513-80220
Anilha 15% grafite/85% Vespel, 0,4 mm de DI, 10/pacote	5181-3323
Kit de manutenção preventiva QuickPick, para trap do split vent, inclui 1 cartucho**	5181-6495
Cortador de coluna de cerâmica, 4/pacote	5181-8836
Ferramenta de instalação da coluna	G1099-20030
MyList de vials e tampas	
Vial, rosqueável, âmbar, silanizado, área para identificação, certificado, 2 mL, 100/pacote	5183-2072
Tampa para vial de ALS, rosqueável, verde, PTFE/septo de silicone vermelho, 100/pacote	5182-0718
Insert de vial, 250 µL, vidro cônico com apoios de polímero, desativado, 100/pacote	5181-8872
Tamanho do insert: 5,6 x 30 mm	
MyList de consumíveis de MS	
Filamento para EI (para 7000A/B/C/D, 5977B Inert Plus, extrator 5977A, inerte ou aço inoxidável e sistemas 5975)	G7005-60061
Filamento HES para GC/MS 7010 triplo quadrupolo	G7002-60001
MyList de filtros de gás	
Kit de gases de arraste para limpeza da linha de gases para 7890	CP17988
Kit de gases de arraste para limpeza da linha de gases para 8890 e 8860	CP179880
Cartucho de reposição para purificador de gases de arraste para limpeza da linha de gases	CP17973

* Caso esta seja a sua primeira vez usando a Agilent Online Store, será solicitado que você digite o seu endereço de e-mail para verificação da conta. Se você não possui uma conta Agilent registrada, precisará se registrar para obter uma em www.agilent.com/en/promotions/onlinestore-videos. Esse recurso é válido apenas nas regiões onde o e-commerce está habilitado. Todos os itens também podem ser solicitados através dos canais regulares de vendas e distribuidores.

** Não disponível para compra on-line. Entre em contato com seu representante de vendas local.

[†] Recomendado se o carryover da matriz de amostras for um problema. A matriz pode causar mudanças no tempo de retenção, perda do formato dos picos cromatográficos e eventual contaminação da fonte de íons do espectrômetro de massas. O backflush impede que os componentes com alto ponto de ebulição da matriz entrem na coluna analítica, aumentando a vida útil da coluna.

Informação para pedidos para o sistema de GC 7890/8890

Esse guia oferece recomendações para produtos Agilent utilizados nesta análise, para que você possa encontrar o que procura de forma rápida. Clique nos links MyList* no cabeçalho para adicionar itens à sua lista de "Produtos favoritos" na Agilent Online Store. Em seguida, insira as quantidades dos produtos necessários. A sua lista permanecerá em "Produtos favoritos" para uso em pedidos futuros.



Agilent CrossLab: Visão real, resultados reais

O CrossLab vai além da instrumentação para trazer serviços, consumíveis e gerenciamento de recursos em todo o seu laboratório. Assim, seu laboratório pode melhorar a eficiência, otimizar as operações, aumentar o tempo de atividade dos instrumentos, desenvolver as habilidades dos usuários e muito mais.

Saiba mais sobre o Agilent CrossLab e veja exemplos de ideias para obtenção de ótimos resultados, no site www.agilent.com/crosslab

Brasil

0800 7281405

chem_vendas@agilent.com

Europa

info_agilent@agilent.com

Ásia e Pacífico

inquiry_lsca@agilent.com

DE44342.5860300926

Estas informações estão sujeitas a alterações sem aviso prévio.

© Agilent Technologies, Inc. 2021
Publicado nos EUA, 4 de junho de 2021
5994-3649PTBR