

Análisis de hidrocarburos aromáticos policíclicos en alimentos

Uso de GC/MS/MS triple cuadrupolo: Guía de referencia del flujo de trabajo de consumibles



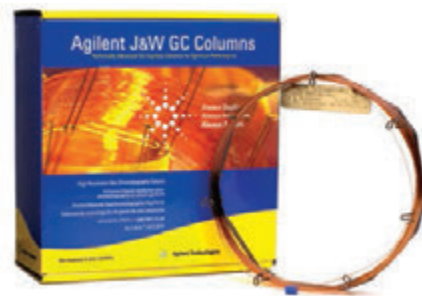
Los hidrocarburos aromáticos policíclicos (PAH) tienden a bioacumularse en alimentos grasos como el pescado, la carne, el aceite y la leche, y son extremadamente tóxicos para los seres humanos, incluso en bajas concentraciones (1). La Agencia estadounidense de alimentos y fármacos (FDA) requiere un análisis de PAH en niveles bajos de ppm en los mariscos (2). La Unión Europea regula (3) una serie de PAH que se encuentran en las matrices de alimentos como EU PAH4 (4).

Aislamiento de los analitos de la matriz de alimentos

Uno de los desafíos de analizar los PAH en las matrices de alimentos grasos es la extracción de los analitos de la enorme cantidad de lípidos que se encuentran en la matriz de alimentos. La tecnología de filtración de lípidos Agilent Captiva Enhanced Matrix Removal (EMR) es la más sencilla de implementar y la más eficiente para eliminar la matriz de la muestra sin pérdida de analitos en comparación con sus predecesoras.



Tecnología de filtración de extracción mejorada de lípidos de la matriz de Agilent



Columnas Agilent J&W para GC







Referencias

1. Honda, M., Suzuki, N., Toxicities of Polycyclic Aromatic Hydrocarbons for Aquatic Animals, *Int. J. Environ. Res. Public Health* **2020**, *17*(4), 1363
2. U.S. Food and Drug Administration, 2010, accessed July 2020, [Protocol for Interpretation and Use of Sensory Testing and Analytical Chemistry Results for Re-opening Oil-Impacted Areas closed to Seafood Harvesting due to the Deepwater Horizon Oil Spill.](#)
3. Commission Regulation (EU) 836/2011, Official Journal of the European Union, **2011**, 215, 9
4. Commission Regulation (EU) No 835/2011, Official Journal of the European Union, **2011**, 215, 4

Separación de los isómeros de PAH

Uno de los desafíos de analizar los PAH es separar los isómeros de PAH por cromatografía, ya que tienen la misma composición química. Los espectrómetros de masas no pueden distinguir fácilmente estos isómeros debido a su idéntico peso molecular. Tanto el EUPAH4 como el EUPAH más amplio (15+1) incluyen pares críticos que coeluyen y son difíciles de resolver por los espectrómetros de masa GC. La selección de la columna GC correcta para los PAH depende del objetivo del análisis. En la Tabla 1 se muestra lo bien que las columnas recomendadas pueden resolver los PAH regulados críticos de los alimentos y las impurezas comunes.

Tabla 1. PAH regulados críticos: SCF (PAH15+1), JECFA (PAH13), CONTAM (PAH8).

Lista de analitos	DB-EUPAH*	Columna Agilent Select PAH J&W*	DB-5ms UI*
Benz[a]antraceno	x	x	x
Ciclopenta[c,d]pireno	x	x	x
Trifenileno (impureza)	coeluye	x	coeluye
Criseno		x	
Benzo[b]fluoranteno	x	x	coeluye
Benzo[j]fluoranteno	x	x	
Benzo[k]fluoranteno	x	x	x
Benzo[a]pireno	x	x	x
Indeno[1,2,3-c,d]pireno	x	x	x
Dibenzo[a,h]antraceno	x	x	x
Benzo[g,h,i]perileno	x	x	x
Dibenzo[a,e]pireno	x	x	x
Coroneno (impureza)	x	x	x
Dibenzo[a,h]pireno	x	x	x
Dibenzo[a,i]pireno	x	x	x
Dibenzo[a,l]pireno	x	x	x
5-metilcriseno	x	x	x
Benzo(c)fluoreno	x	x	x
Tiempo de análisis total	<28 min¹	<45 min²	<22 min¹
Temperatura máxima de funcionamiento	320 a 340 °C	325 a 350 °C	325 a 350 °C
Resultados comerciales	Mayor especificidad de PAH  Económico 	Mayor especificidad de PAH  Productividad 	Versatilidad  Productividad 
Criterios de selección	<ul style="list-style-type: none"> La mejor opción para resolver el trifenileno: el criseno no es crítico 	<ul style="list-style-type: none"> Cuantificación precisa de los 16 PAH de EPA La selectividad única resuelve todos los isómeros Solo la columna que separa el criseno del trifenileno, si está presente 	<ul style="list-style-type: none"> Opción económica Excelente para la mayoría de los métodos de EPA donde se necesita informar sobre menos isómeros de PAH

*x = separación completa de la línea base

1. Consulte la nota de aplicación número 5 en la página 6.
2. Consulte la nota de aplicación número 8 en la página 6.

Discriminación del peso molecular

La discriminación del peso molecular es otro desafío que puede ocurrir si:

- a. la temperatura del puerto de inyección está fijada demasiado baja (<300 °C) y hay una vaporización incompleta de la muestra en el inyector, o
- b. el tiempo de retención de la inyección sin división no está optimizado para transferir de manera efectiva toda la muestra a la cabeza de la columna analítica, o
- c. se ha elegido el liner equivocado. Cromatográficamente, esto se observará como una respuesta menor de los PAH de mayor peso molecular.

Rangos de parámetros de inyección recomendados para evitar la discriminación del peso molecular:

- Volumen de inyección: 1 a 2 µL.
- Temperatura del inyector: 300 a 320 °C.
- Fuente MS y temperatura de la línea de transferencia: 320 °C.
- Tiempo de activación de purga: De 45 a 90 segundos sin división.
- Un liner de 4 mm sin divisiones con lana de vidrio o revestimientos porosos.
- Pulsado sin división a 20 a 50 psi durante 0,9 min. para transferir los PAH de alto punto de ebullición a la columna. La “trampa fría” en la fase líquida se aplica a menudo para los analitos de mayor peso molecular y mayor punto de ebullición, como los PAH para las inyecciones sin división/PTV/MMI. Una temperatura inicial del horno de 75 °C suele proporcionar formas de pico de buena calidad para muchas muestras de solventes.
- Se minimiza el tiempo de residencia en la entrada (y en el sistema) operando con flujos de columna más altos: 0,15 mm: 1,2 mL/min He, 0,18 y 0,25 mm: 1,2 a 1,4 mL/min He, Nota: Aunque las columnas de GC de 0,18 mm y 0,25 mm de diámetro interno pueden manejar mayores velocidades de flujo, esto llevará a una disminución de la sensibilidad de MS. No se recomienda exceder los 1,5 mL/min para la fuente de alta eficiencia.

Mejores prácticas para optimizar los sistemas de GC/MS triple cuadrupolo (GC/TQ) para el análisis de PAH

- Utilice las pre-columnas de retención y/o el retroflujo para eliminar el arrastre de muestras, reducir el mantenimiento y recortar los tiempos de los ciclos de análisis.
- Realice el análisis en modo de flujo constante.
- Mantenga las zonas calientes bien aisladas para reducir la posibilidad de puntos fríos del sistema y la consiguiente pérdida de señal.
- Mantenga la línea de transferencia de MS y la fuente de iones a temperaturas superiores a 300 °C. Las temperaturas demasiado bajas darán lugar a coleos de PAH. Use una columna GC de alta eficiencia de 0,15/0,18 mm de diámetro interno para un tiempo de análisis más rápido sin pérdida de resolución.
- Utilice la fuente de iones JetClean de Agilent para reducir sustancialmente la necesidad de limpieza manual de la fuente, especialmente con muestras de Matrices altas. Se ha demostrado que la limpieza continua de la fuente con hidrógeno (0,33 mL/min) mejora significativamente la linealidad de calibración y la precisión de la respuesta a lo largo del tiempo para el análisis de los PAH.
- Permita que los estándares de PAH lleguen a temperatura ambiente antes de diluir o preparar las mezclas de calibración, ya que los PAH de mayor peso molecular pueden precipitarse de la solución durante el almacenamiento refrigerado.
- Use un lente de extracción de 9 mm para minimizar las superficies disponibles para deposición de los PAH.



Notas de aplicación

Para conocer las condiciones de preparación de las muestras y los detalles de optimización del método GC, consulte las siguientes notas de aplicación de Agilent:

1. [Determination of 19 polycyclic aromatic hydrocarbon compounds in salmon & beef using Captiva EMR-Lipid cleanup by GC/MS/MS](#)
2. [Determination of 14 Polycyclic Aromatic Hydrocarbon Compounds in Edible Oil](#)
3. [PAHs in Chocolate and Peanuts with Agilent J&W Select PAH and longer GC columns](#)
4. [Polycyclic Aromatic Hydrocarbon \(PAH\) Analysis in Fish by GC/MS using Agilent Bond Elut QuEChERS dSPE Sample Preparation and a High Efficiency DB-5ms Ultra Inert GC column](#)
5. [PAH Analysis with High Efficiency GC columns: Column selection and Best practices](#)
6. [Increased Reproducibility in the Analysis of EU and EPA PAHs with the Agilent J&W Select PAH GC column and Agilent Intuvo 9000 GC system](#)
7. [GC/MS Analysis of European Union \(EU\) priority Polycyclic Aromatic Hydrocarbons \(PAHs\) using and Agilent DB-EUPAH GC column with a column performance comparison](#)
8. [Separation of 54 PAHs on an Agilent J&W Select PAH GC columns](#)
9. [Diferentes fases estacionarias para el análisis de PAH \(revista Food Quality & Safety\)](#)
10. [Analysis of European Union Polyaromatic Hydrocarbons \(EUPAH\) with Agilent 8890GC](#)
11. [Optimized GC/MS Analysis for PAHs in Challenging Matrices using the 5977 Series GC/MSD with JetClean and midcolumn backflush](#)
12. [Optimized GC/MS/MS Analysis for PAHs in Challenging Matrices using the Agilent 8890/7000D triple quadrupole GC/MS with Jet Clean and midcolumn backflush](#)

Productos recomendados para el análisis de PAH en muestras de alimentos

La siguiente tabla enumera los productos necesarios para el análisis de los PAH a partir de matrices de alimentos. Haga clic [aquí](#) para añadir todos los elementos de este listado a su lista de Mis favoritos en la tienda en línea de Agilent. * También puede hacer clic en el enlace "Mis Listas" en cada encabezado de la tabla para agregar todos esos elementos a su lista de Mis favoritos. A continuación, puede introducir las cantidades de los productos que necesite. Su lista permanecerá en Mis favoritos para que la utilice en futuros pedidos.

Descripción	Número de parte
Ver Mi Lista de suministros para la preparación de muestras	
Cartucho de extracción mejorada de lípidos Captiva EMR, 3 mL, 300 mg	5190-1003
Homogeneizadores cerámicos	5982-9312
Procesador para colector de presión positiva Agilent (PPM-48)	5191-4101
Cartucho de extracción mejorada de lípidos Captiva EMR, 6 mL, 600 mg	5190-1004
Bond Elut Jr PSA, 500 mg	12162042B
Ver Mi Lista de estándares	
Kit de estándares EU PAH(15+1); 250 µg/mL	5190-0487
Estándar de PAH de EPA (estándar de calibración); 500 µg/mL	8500-6035
Visite www.agilent.com/chem/standards para ver las opciones para estándares adicionales de volumen y concentración	
Ver Mi Lista de suministros del inyector	
Septa para inyector, verde avanzado, antiadherente, 11 mm, 50/pk	5183-4759
Septa para inyector, verde avanzado, antiadherente, 11 mm, 100/pk	5183-4759-100
Lana de vidrio, una sola punta, sin división, ultrainerte	5190-2293
Liner una sola punta, sin división, ultrainerte con vidrio poroso	5190-5112
Sello de oro ultrainerte, con arandela, 1/pk	5190-6144
Sello de oro ultrainerte, con arandela, 10/pk	5190-6145
Tuerca de columna de autoapriete, con collarín, inyector	G3440-81011
Tuerca de columna de autoapriete, con collarín, MSD	G3440-81013
Collarín de repuesto para la tuerca de autoapriete	G3440-81012
Férrulas de 15 % grafito/85 % Vespel, 0,4 mm de diámetro interno, 10/pk	5181-3323
Jeringa para muestreador automático de líquidos de 5 µL, aguja fija, 23-26s/42/cónica	5181-1273
Jeringa para muestreador automático de líquidos de 5 µL, aguja fija, 23-26s/42/cónica 6/pk	5181-8810
Jeringa para muestreador automático de líquidos de 10 µL, aguja fija, 23-26s/42/cónica	5181-1267
Jeringa para muestreador automático de líquidos de 10 µL, aguja fija, 23-26s/42/cónica 6/pk	5181-3360
lupa 20x	430-1020
Ver Mi Lista de columnas GC- 7890, 8890 y 8860	
Columna Agilent DB-EUPAH J&W, 20 m x 0,18 mm, 0,14 µm	121-9627
Columna Agilent J&W DB-5ms 20 m x 0,18 mm, 0,18 µm	121-5522UI
Columna Agilent Select PAH J&W, 30 m x 0,25 mm, 0,15 µm	CP7462
Columna Agilent Select PAH J&W, 15 m x 0,15 mm, 0,10 µm	CP7461
Capilar de sílice fundida inerte, 5 m, 0,15 mm	160-7625-5



*Si es la primera vez que utiliza la tienda en línea de Agilent, deberá ingresar su dirección de correo electrónico para la verificación de la cuenta. Si no tiene una cuenta Agilent registrada, tendrá que [registrarse](#) para obtener una. La función "Mi Lista" solo es válida en las regiones que tienen habilitado el comercio electrónico. Todos los artículos también se pueden pedir a través de sus canales habituales de venta y distribución. No está disponible en todos los países. Póngase en contacto con su representante de ventas local para saber la disponibilidad.

Ver Mi Lista de columnas GC Intuvo	
Columna Agilent DB-EUPAH J&W, columna GC Intuvo 20 m x 0,18 mm, 0,14 µm	121-9627-INT
Columna Agilent DB-5ms J&W 20 m x 0,18 mm, 0,18 µm	121-5522UI-INT
columna Agilent Select PAH J&W, columna GC Intuvo, 30 m x 0,25 mm, 0,15 µm	CP7462-INT
Columna Agilent Select PAH J&W, 15 m x 0,15 mm, 0,10 µm	CP7461-INT
Ver Mi Lista de los suministros de Intuvo	
Guard Chip, split/splitless Intuvo	G4587-60565
Chip del inyector Intuvo	G4581-60031
Chip de flujo, Intuvo, D2-MS	G4581-60033
Chip de flujo, Intuvo, cola de fuente de alta eficiencia MS ensamblada	G4590-60109
Inyector/MSD (Intuvo) junta de poliimida	5190-9072
Ver Mi Lista de suministros de MS	
Filamento EI (para los sistemas 7000A/B/C/D, 5977B Inert Plus, extractor 5977A, inerte o de acero inoxidable y 5975)	G7005-60061
Filamento de fuente de alta eficiencia para el GC/MS triple cuadrupolo 7010	G7002-60001
Lente drawout, 9 mm, fuente inerte	G3440-20022
Lente drawout, 9 mm, fuente del extractor	G3870-20449
Ver Mi Lista de filtros de gas	
Kit de gas portador de purificación de gases para 7890	CP17988
Kit de gas portador de purificación de gases para 8890 y 8860	CP179880
Cartucho de repuesto de gas portador de purificación de gases	CP17973
Kit del filtro de purificación de gases para Intuvo	CP17995
Ver Mi Lista de viales y tapas	
Tapón de rosca ámbar de 2 mL, zona de escritura, desactivado, certificado, 100 piezas	5183-2072
tapones de rosca, azul, certificado, septa de PTFE/silicona/PTFE	5182-0723
Inserto de vial de 100 µl, vidrio con pies de polímero	5181-8872
tapón de rosca ámbar de 2 mL, ámbar, zona de escritura, certificado, 100/pk	5182-0716
tapones de rosca de 9 mm, azul, PTFE/RS, 500/pk	5185-5820



Para obtener más información, visite: www.agilent.com/chem/standards

Agilent también dispone de estándares para los PAH- 500 µg/mL de EPA y los PAH (15+1)- 250 µg/mL de la UE y todos los suministros de GC que se necesitarían para analizar los PAH en la matriz de alimentos de forma fiable y reproducible, incluso a niveles de trazas.

Agilent CrossLab: Conocimientos reales, resultados reales

CrossLab va más allá de la instrumentación para ofrecer servicios, consumibles y gestión de recursos en todo el laboratorio. De esta manera, su laboratorio puede mejorar la eficiencia, optimizar las operaciones, aumentar el tiempo de funcionamiento de los instrumentos, desarrollar la habilidad del usuario y más.

Obtenga más información sobre Agilent CrossLab y vea ejemplos de soluciones que conducen a grandes resultados en www.agilent.com/crosslab

Estados Unidos y Canadá

1-800-227-9770

agilent_inquiries@agilent.com

Europa

info_agilent@agilent.com

Asia-Pacífico

inquiry_lsca@agilent.com