

Определение полициклических ароматических углеводородов в продуктах питания

Использование трехкврупольного ГХ-МС-МС: руководство по заказу
расходных материалов



Полициклические ароматические углеводороды (ПАУ) склонны накапливаться в жирной пище, такой как рыба, мясо, пищевые жиры и молоко, и крайне токсичны для человека даже при низких концентрациях (1). Управление по санитарному надзору за качеством пищевых продуктов и медикаментов США (FDA) требует контролировать содержание ПАУ в морских продуктах на уровне единиц миллиардных долей (2). Документ EU PAH4 Европейского союза ограничивает (3) содержание ряда ПАУ в продуктах питания (4).

Выделение определяемых веществ из матрицы продуктов питания

Одной из проблем при определении ПАУ в матрице жирных продуктов питания является их экстракция из большого количества липидов, присутствующих в таких продуктах. Патроны для ТФЭ Agilent Captiva Enhanced Matrix Removal (EMR)-Lipid для удаления липидов — это самый простой в использовании и самый эффективный способ очистки определяемых веществ от матрицы без потерь, характерных для ранних методов.



Технология ТФЭ Captiva EMR-Lipid



Колонки для ГХ Agilent J&W







Литература

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, no соот. на июль 2020 г., [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.

Разделение изомерных ПАУ

Одна из проблем определения ПАУ – это хроматографическое разделение изомерных ПАУ, имеющих одинаковый химический состав. Масс-спектрометрия не в состоянии легко отличить эти изомеры, так как их молекулярные массы идентичны. И список ЕУРАН4, и расширенный список ЕУРАН (15+1) включают в себя критические пары, пики которых выходят одновременно и с трудом разделяются ГХ с масс-спектрометрическим детектированием. Выбор подходящей колонки для ГХ для разделения ПАУ зависит от цели анализа. В табл. 1 показано, насколько хорошо рекомендованные колонки разделяют наиболее важные запрещенные в продуктах питания ПАУ и распространенные примеси.

Таблица 1. Наиболее важные запрещенные ПАУ: SCF (ПАН15+1), JECFA (ПАН13), CONTAM (ПАН8).

Список определяемых веществ	DB-EURAN *	Select PAN *	DB-5ms UI *
Бензо[а]антрацен	x	x	x
Циклопента[с,d]пирен	x	x	x
Трифенилен (примесь)	слитые пики	x	слитые пики
Хризен		x	
Бензо[б]флуорантен	x	x	слитые пики
Бензо[і]флуорантен	x	x	
Бензо[к]флуорантен	x	x	x
Бензо[а]пирен	x	x	x
Индено[1,2,3-с,d]пирен	x	x	x
Дибензо[а,h]антрацен	x	x	x
Бензо[g,h,i]перилен	x	x	x
Дибензо[а,e]пирен	x	x	x
Коронен (примесь)	x	x	x
Дибензо[а,h]пирен	x	x	x
Дибензо[а,i]пирен	x	x	x
Дибензо[а,l]пирен	x	x	x
5-метилхризен	x	x	x
Бензо(с)флуорен	x	x	x
Полная продолжительность анализа	< 28 мин ¹	< 45 мин ²	< 22 мин ¹
Максимальная рабочая температура	От 320 до 340 °С	От 325 до 350 °С	От 325 до 350 °С
Экономические результаты	Максимальная специфичность при определении отдельных ПАУ  Экономичность 	Максимальная специфичность при определении отдельных ПАУ  Производительность 	Универсальность  Производительность 
Критерии для выбора	– Лучший выбор, если разделять хризен и трифенилен не требуется	– Точный количественный анализ всех 16 ПАУ, регулируемых ЕРА – Уникальная селективность, позволяющая разделить все изомеры – Единственная колонка, разделяющая хризен и трифенилен (если он присутствует)	– Экономичный выбор – Отлично подходит для большинства методик ЕРА, в которых не требуется определять большое число изомерных ПАУ

* x = полное разделение до базовой линии.

1. См. рекомендации по применению № 5 на стр. 6.

2. См. рекомендации по применению № 8 на стр. 6.

Неравномерность испарения соединений с разными молекулярными массами

Неравномерность испарения соединений с разными молекулярными массами — это другая проблема, встречающаяся, если:

- a. Температура инжектора слишком низкая (ниже 300 °С) и проба испаряется не полностью.
- b. Время выдержки испарителя без деления потока не оптимизировано для эффективной передачи пробы в аналитическую колонку.
- c. Неправильно подобран лайнер испарителя. На хроматограмме этот эффект заметен в виде снижения отклика ПАУ с повышением их молекулярной массы.

Рекомендуемые диапазоны параметров испарителя, помогающие избежать неравномерности испарения соединений с разными молекулярными массами:

- Объем ввода: от 1 до 2 мкл.
- Температура испарителя: от 300 до 320 °С.
- Температура источника ионизации и транспортной линии МС: 320 °С.
- Включение продувки: от 45 до 90 с для испарителя без деления потока.
- Лайнер для испарителей без деления потока, 4 мм, со стекловолокном или пористый стеклянный.
- Импульсный ввод без деления потока под давлением 20–50 фунтов на кв. дюйм в течение 0,9 мин для передачи высококипящих ПАУ в колонку. Для испарителей без деления потока, многорежимных и с программированием температуры при вводе высококипящих соединений с большой молекулярной массой, таких как ПАУ, часто наблюдается эффект «холодной ловушки» на жидкой фазе. Начальная температура термостата 75 °С, как правило, обеспечивает хорошую форму пиков для многих растворителей.
- Увеличение потока газа через колонку, чтобы обеспечить минимальное время задержки испарителя (и системы): 0,15 мм: 1,2 мл/мин He, 0,18 и 0,25 мм: от 1,2 до 1,4 мл/мин He. Примечание. Несмотря на то что колонки с внутренним диаметром 0,18 и 0,25 мм могут работать и при более высоких скоростях потока, это приведет к снижению чувствительности МС-детектора. Скорости потока выше 1,5 мл/мин не рекомендуется применять с высокоэффективным источником (HES).

Советы по оптимизации трехкврупольных систем ГХ-МС для определения ПАУ

- Пользуйтесь предколонкой и/или обратной продувкой, чтобы избавиться от эффекта памяти, снизить частоту обслуживания системы и сократить продолжительность анализа.
- Пользуйтесь для анализа режимом постоянной скорости потока.
- Горячие зоны должны быть хорошо изолированы и нагреты для уменьшения числа потенциальных «холодных точек» и потери интенсивности сигнала.
- Транспортная линия и источник ионизации масс-спектрометра должны быть нагреты выше 300 °С. Слишком низкая температура может привести к несимметричности пиков ПАУ. Чтобы ускорить анализ и не потерять разрешающую способность, пользуйтесь высокоэффективными колонками для ГХ с внутренним диаметром 0,15/0,18 мм.
- Технология Agilent JetClean позволяет значительно снизить частоту очистки источника ионизации, особенно при работе с пробами с высоким содержанием матрицы. Доказано, что постоянная очистка источника ионизации водородом (0,33 мл/мин) значительно повышает линейность калибровки и снижает разброс результатов со временем при определении ПАУ.
- Стандарты ПАУ перед разведением или приготовлением калибровочных стандартов следует нагреть до комнатной температуры, так как при хранении в холодильнике ПАУ с самой высокой молекулярной массой могут выпадать в осадок.
- Используйте экстракционную линзу диаметром 9 мм – она уменьшает площадь поверхности, на которой могут отлагаться ПАУ.



Рекомендации по применению

Условия пробоподготовки и подробную информацию об оптимизации методики ГХ можно найти в следующих рекомендациях по применению компании 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. Different Stationary Phases for PAH Analysis ([Food Quality & Safety magazine](#))
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](#)

Рекомендованные материалы для определения ПАУ в образцах продуктов питания

В таблице ниже перечислены материалы, нужные для определения ПАУ в образцах продуктов питания. Нажмите [здесь](#), чтобы добавить товары из каждой категории в список My Favorites в интернет-магазине Agilent *. А нажав на ссылку MyLists в заголовке каждой из таблиц, вы сразу добавите все эти материалы в список My Favorites. Затем вы сможете ввести необходимое количество этих материалов. Ваш список останется в категории My Favorites и может быть использован при составлении заказов в будущем.

Продукт	Каталожный номер
Открыть MyList расходных материалов для пробоподготовки	
Патрон Captiva EMR-Lipid, 3 мл, масса сорбента 300 мг	5190-1003
Керамические гомогенизаторы	5982-9312
Напорный коллектор Agilent (PPM-48)	5191-4101
Патрон Captiva EMR-Lipid, 6 мл, масса сорбента 600 мг	5190-1004
Патрон Bond Elut Jr PSA, масса сорбента 500 мг	12162042B
Открыть MyList стандартов	
Стандарт ПАУ EU PAH(15+1), 250 мкг/мл	5190-0487
Стандарт ПАУ EPA (калибровочный стандарт), 500 мкг/мл	8500-6035
Другие концентрации и упаковки других объемов этих стандартов можно найти по ссылке www.agilent.com/chem/standards	
Открыть MyList расходных материалов для испарителей	
Септа испарителя, улучшенная зеленая, непригорающая, 11 мм, 50 шт./уп.	5183-4759
Септа испарителя, улучшенная зеленая, непригорающая, 11 мм, 100 шт./уп.	5183-4759-100
Лайнер испарителя, Ultra Inert, для испарителей без деления потока, с одним сужением, набитый стекловолокном	5190-2293
Лайнер испарителя, Ultra Inert, для испарителей без деления потока, с одним сужением, пористый стеклянный	5190-5112
Позолоченное уплотнение Ultra Inert с шайбой, 1 шт./уп.	5190-6144
Позолоченное уплотнение Ultra Inert с шайбой, 10 шт./уп.	5190-6145
Самозатягивающаяся накидная гайка для подключения колонки к испарителю, с фланцем	G3440-81011
Самозатягивающаяся накидная гайка для подключения колонки к МСД, с фланцем	G3440-81013
Сменный фланец для самозатягивающейся гайки	G3440-81012
Феррулы из композита 15% графит / 85% веспел, внутр. диам. 0,4 мм, 10 шт./уп.	5181-3323
Шприц для автосамплера ALS, 5 мкл, несменная игла, 23-26s/42/конический	5181-1273
Шприц для автосамплера ALS, 5 мкл, несменная игла, 23-26s/42/конический, 6 шт./уп.	5181-8810
Шприц для автосамплера ALS, 10 мкл, несменная игла, 23-26s/42/конический	5181-1267
Шприц для автосамплера ALS, 10 мкл, несменная игла, 23-26s/42/конический, 6 шт./уп.	5181-3360
Увеличительное стекло, 20x	430-1020
Открыть MyList колонок для газовых хроматографов Agilent 7890, 8890 и 8860	
Agilent J&W DB-EUPAH, 20 м x 0,18 мм, 0,14 мкм	121-9627
Agilent J&W DB-5ms 20 м x 0,18 мм, 0,18 мкм	121-5522UI
Agilent J&W Select PAH, 30 м x 0,25 мм, 0,15 мкм	CP7462
Agilent J&W Select PAH, 15 м x 0,15 мм, 0,10 мкм	CP7461
Трубка из плавяного кварца, инертная, 5 м, 0,15 мм	160-7625-5



* При первом входе в интернет-магазин Agilent вам придется ввести адрес электронной почты для проверки подлинности учетной записи. Если у вас нет учетной записи Agilent, вам нужно будет [зарегистрироваться](#). Функция My List действует только в регионах, в которых работает интернет-магазин Agilent. Вся продукция может быть также заказана по обычным каналам продажи и распространения. Недоступно в отдельных странах. О доступности узнавайте у местного торгового представителя компании Agilent.

Открыть MyList колонок для GX Intuvo	
Agilent J&W DB-EUPAH, колонка для GX Intuvo, 20 м x 0,18 мм, 0,14 мкм	121-9627-INT
Agilent J&W DB-5ms 20 м x 0,18 мм, 0,18 мкм	121-5522UI-INT
Agilent J&W Select PAH, колонка для GX Intuvo, 30 м x 0,25 мм, 0,15 мкм	CP7462-INT
Agilent J&W Select PAH, 15 м x 0,15 мм, 0,10 мкм	CP7461-INT
Открыть MyList расходных материалов для GX Intuvo	
Чип Guard Chip, Intuvo, испарители с делением и без деления потока	G4587-60565
Чип испарителя Intuvo	G4581-60031
Flow Chip, Intuvo, D2-MS	G4581-60033
Flow Chip, Intuvo, для подключения к масс-спектрометру с высокоэффективным ионным источником (HES), обжимное длинное соединение	G4590-60109
Полиимидная прокладка для испарителя/МСД (Intuvo)	5190-9072
Открыть MyList расходных материалов для масс-спектрометра	
Нить накаливания для ЭУ-источника ионизации (для систем 7000A/B/C/D, 5977B Inert Plus, 5977A с экстрактором, инертных и из нержавеющей стали и 5975)	G7005-60061
Нить накаливания для высокоэффективного источника (HES) для трехквадрупольного ГХ-МС Agilent 7010	G7002-60001
Линза вывода ионов из источника, 9 мм, для инертного ионизатора	G3440-20022
Линза вывода ионов из источника, 9 мм, для ионизатора с экстрактором	G3870-20449
Открыть MyList газовых фильтров	
Набор для очистки газа-носителя для систем GX Agilent 7890	CP17988
Набор для очистки газа-носителя для систем GX Agilent 8860 и Agilent 8890	CP179880
Сменный патрон фильтра для очистки газа-носителя Gas Clean	CP17973
Набор фильтра для очистки газа-носителя для Intuvo	CP17995
Открыть MyList виал и крышек для них	
2 мл, завинчивающаяся крышка, янтарное стекло, с местом для надписей, деактивированные, сертифицированные, 100 шт./уп.	5183-2072
Навинчивающиеся крышки, голубые, сертифицированные, ПТФЭ/силикон с септой из ПТФЭ	5182-0723
Вкладыш для виал, 100 мкл, стеклянный с полимерной ножкой	5181-8872
2 мл, винтовая пробка, янтарные, с местом для надписей, сертифицированные, 100 шт./уп.	5182-0716
9 мм, голубая навинчивающаяся крышка, ПТФЭ / силиконовый каучук, 500 шт./уп.	5185-5820

[Подробнее см. на сайте www.agilent.com/chem/standards](http://www.agilent.com/chem/standards)



Компания Agilent также предлагает стандарты ПАУ, соответствующие требованиям EPA (с концентрацией 500 мкг/мл) и EU PAH (15+1) (250 мкг/мл), а также все расходные материалы для ГХ, нужные для надежного и воспроизводимого определения ПАУ, даже в следовых количествах, в продуктах питания.

Agilent CrossLab: реальные идеи, реальные результаты

CrossLab — это не только оборудование, но и услуги, расходные компоненты и управление ресурсами в пределах лаборатории. Все это позволяет повысить эффективность работы, оптимизировать операции, увеличить время безотказной работы приборов, развить пользовательские навыки и многое другое.

Узнать подробнее об Agilent CrossLab и посмотреть примеры идей, которые привели к грандиозным результатам: www.agilent.com/crosslab.

Россия

+7 495 664 73 00

+7 800 500 92 27

customercare_russia@agilent.com

Европа

info_agilent@agilent.com

Азиатско-Тихоокеанский регион

inquiry_lsca@agilent.com

DE.4042824074

Информация в этом документе может быть изменена без предупреждения.

© Agilent Technologies, Inc., 2021
Напечатано в США 21 апреля 2021 г.
5994-2016RU