

Automatisierte Analytik von PAK in Lebensmitteln mit LC-LC-GC-Kopplung

Axel Semrau GmbH & Co. KG

Die Analytik von polycyclischen aromatischen Kohlenwasserstoffen (PAK) ist durch die von der European Food Safety Authority (EFSA) geforderten Grenzwerte und die komplexen Matrices eine große Herausforderung für die Analytik. Herkömmliche Analyseverfahren sind HPLC mit Fluoreszenzdetektion oder GC-MS. In beiden Fällen ist die Probenvorbereitung oft sehr umfangreich und aufwändig.

Der Druck auf die Laboratorien, Probenbearbeitungszeiten (Turn-Around-Time) zu verringern und schnell Ergebnisse zu liefern, ist groß. Einbußen in Bezug auf Empfindlichkeit, Präzision oder Richtigkeit, sind dabei nicht akzeptabel. Die LC-GC-Technologie von Axel Semrau® hat sich seit vielen Jahren in der Routineanalytik von Lebensmitteln etabliert. Sie bildet die Basis für die hier vorgestellte Lösung.

Das System setzt sich aus einer HPLC-Anlage von Knauer oder Agilent, einem PAL Autosampler, einem GC-MS, dem CHRO-NECT LC-GC-Interface und der CHRONOS Plattform zusammen. Aufgrund der sehr offenen Plattform CHRONOS können unterschiedliche GC-MS eingebunden werden. Vorzugsweise setzt Axel Semrau das Bruker EVOQ™ GC-TQ ein. (Abbildung 1).

Um PAK zu bestimmen, wird eine einfache und schnelle Extraktion der Probe durchgeführt. Nach einer Flüssig-Flüssig-Extraktion und Eliminierung von Emulgatoren wird der Extrakt mittels einer zweistufigen LC-Trennung aufgereinigt. Die Matrix wird von den Analyten getrennt und nur die Analyten werden in den Gaschromatographen transferiert. Injiziert werden 210 µL mittels eines On-Column-Transfers. Die Auftrennung der PAK samt anschließender Detektion geschieht abschließend mittels GC-MS. Die Probenvorbereitung nimmt dabei nicht mehr als 20 min in Anspruch mit minimalem Arbeitseinsatz. Die komplette Analytik ist nach ca. 40 min beendet. Das Chromatogramm (Abbildung 2) zeigt unterschiedliche Kontaminationen in verschiedenen Lebensmitteln.



Abb. 1: LC-LC-GC-System PAK

Durch das intelligente Matrixmanagement mittels zweidimensionaler LC wird es möglich, die PAK, die von der EFSA zur Analyse vorgeschrieben sind, vollautomatisch zu bestimmen. Je nach Detektor werden Nachweisgrenzen erreicht, die um den Faktor 10 geringer sind als die vorgeschriebenen europäischen Grenzwerte:

- LOD für alle EFSA PAK < 0.1 µg/kg
- LOQ für alle EFSA PAK < 0.5 µg/kg

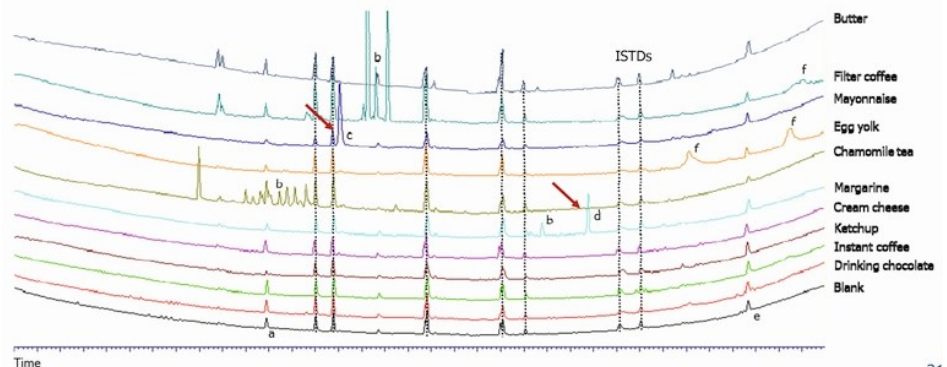


Abb. 2: Chromatogramm mit unterschiedlichen Kontaminationen – a: PEEK, b: Alkylierte PAK, c: C18-Fettsäureethylester, d: Stigmasta-3,5-dien, e: LM-Kontamination, f: Polysiloxane

Die Empfindlichkeiten gelten bei Einsatz eines modernen Quadrupol-GC-MS

- Reproduzierbarkeit: relative Standardabweichung < 15 % über das Gesamtverfahren
- Analysendauer: 40 min

Die LC-GC-Lösungen von Axel Semrau® werden im Applikationslabor vorinstalliert, getestet und einsatzfertig zum Anwender geliefert. So ist die schnellstmögliche Aufnahme des routinemäßigen Messbetriebs sichergestellt.