

Análise de hidrocarbonetos aromáticos policíclicos em alimentos

Usando GC/MS/MS triplo quadrupolo: Guia de pedidos de consumíveis de fluxo de trabalho



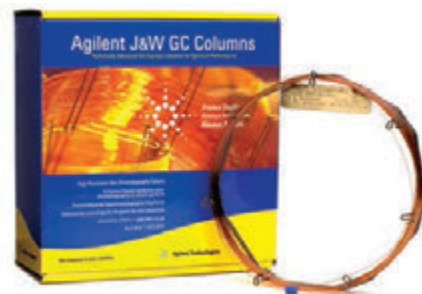
Os hidrocarbonetos aromáticos policíclicos (PAHs) tendem a se bioacumular em alimentos gordurosos, como peixe, carne, óleo e leite, e são extremamente tóxicos para humanos, mesmo em baixas concentrações (1). A Food and Drug Administration (FDA) dos EUA exige a análise de PAHs em níveis baixos de ppb em frutos do mar (2). A União Europeia regula (3) uma série de PAHs encontrados em matrizes alimentares, como o regulamento da UE relativo a PAH4 (4).

Isolando analitos da matriz alimentar

Um dos desafios da análise de PAHs em matrizes de alimentos gordurosos é a extração dos analitos dentre a enorme quantidade de lipídios encontrados na matriz desses alimentos. A tecnologia de filtração de lipídios Agilent Captiva com remoção avançada de matriz (EMR) é a mais simples de implementar e a mais eficiente na remoção da matriz de amostra sem perda de analitos em comparação com seus predecessores.



Tecnologia de filtração de Remoção avançada de matriz-Lipídios Agilent Captiva



Colunas para GC Agilent J&W







Referências

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, acessado em julho de 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

Separando isômeros de PAH

Um dos desafios da análise de PAHs é separar os isômeros de PAH por cromatografia, pois eles possuem a mesma composição química. Os espectrômetros de massas não conseguem distinguir facilmente esses isômeros devido ao seu peso molecular idêntico. Tanto o regulamento relativo a PAH4 quanto o relativo a PAH mais amplo (15+1) da UE incluem pares críticos que coeluem e são difíceis de resolver por GC com espectrômetros de massa. A seleção da coluna para GC adequada para PAHs depende do objetivo da análise. A Tabela 1 mostra como as colunas recomendadas podem resolver impurezas comuns e PAHs alimentares considerados críticos.

Tabela 1. PAHs considerados críticos: SCF (PAH15+1), JECFA (PAH13), CONTAM (PAH8).

Lista de analitos	DB-EUPAH*	Select PAH*	DB-5ms UI*
Benzo[a]antraceno	x	x	x
Ciclopenta[c,d]pireno	x	x	x
Trifenileno (impureza)		x	
Criseno	coeluição	x	coeluição
Benzo[b]fluoranteno	x	x	
Benzo[j]fluoranteno	x	x	coeluição
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
Tempo total de análise	<28 min¹	<45 min²	<22 min¹
Temperatura operacional máxima	320 a 340°C	325 a 350°C	325 a 350°C
Resultados na atividade	Maior especificidade de PAH  Economia 	Maior especificidade de PAH  Produtividade 	Versatilidade  Produtividade 
Critério de seleção	<ul style="list-style-type: none"> Melhor escolha ao resolver trifenileno: o criseno não é crítico. 	<ul style="list-style-type: none"> Quantificação precisa de todos os 16 PAHs da EPA. Seletividade única resolve todos os isômeros. Apenas a coluna que separa criseno do trifenileno, se presente. 	<ul style="list-style-type: none"> Opção econômica. Excelente para a maioria dos métodos EPA, onde menos isômeros de PAH precisam ser reportados.

*x = separação de linha de base completa

1. Consulte a nota de aplicação número 5, na página 6.
2. Consulte a nota de aplicação número 8, na página 6.

Discriminação de peso molecular

A discriminação de peso molecular é outro desafio que pode ocorrer se:

- a. a temperatura da porta de injeção estiver muito baixa (<300°C) e houver vaporização incompleta da amostra no injetor, ou
- b. o tempo de espera da injeção splitless não estiver otimizado para transferir eficazmente toda a amostra para a cabeça da coluna analítica, ou
- c. for escolhido o liner do injetor incorreto. Em termos cromatográficos, isso será observado como uma resposta mais baixa dos PAHs de maior peso molecular.

Intervalos de parâmetros de injeção recomendados para evitar a discriminação de peso molecular:

- Volume de injeção: 1 a 2 µL.
- Temperatura do injetor: 300 a 320°C.
- Temperatura da linha de transferência e da fonte de MS: 320°C.
- Tempo de ativação de purga: Splitless de 45 a 90 segundos.
- Liner splitless de 4 mm com lã de vidro ou liners com vidro de frita.
- Splitless pulsado entre 20 a 50 psi por 0,9 min para transferir PAHs de alto ponto de ebulição para a coluna. A “armadilha fria” na fase líquida é frequentemente aplicada para analitos de ponto de ebulição e peso molecular mais elevados, como PAHs para injeções de tipo splitless/PTV/MMI. Uma temperatura inicial do forno de 75°C geralmente fornece formatos de pico de boa qualidade para muitos solventes de amostra.
- Minimize o tempo de espera (dwell time) do injetor (e do sistema) operando em fluxos de coluna mais altos: 0,15 mm: 1,2 mL/min He, 0,18 e 0,25 mm: 1,2 a 1,4 mL/min He, Nota: Embora as colunas para GC de d.i. de 0,18 mm e 0,25 mm possam lidar com vazões mais altas, haverá diminuição da sensibilidade da MS. Exceder 1,5 mL/min não é recomendado para a fonte HES.

Melhores práticas para otimizar sistemas de GC/MS triplo quadrupolo (GC/TQ) para análise de PAHs

- Use colunas de retenção e/ou backflush para eliminar carryover da amostra, reduzir a manutenção e reduzir os tempos de ciclo de análise.
- Execute a análise em modo de fluxo constante.
- Mantenha as zonas aquecidas bem isoladas e quentes para reduzir o potencial de pontos frios do sistema e perda de sinal resultante.
- Mantenha a linha de transferência de MS e a fonte de íons em temperaturas acima de 300 °C. Configurações de temperatura muito baixas resultarão em distorção de PAHs. Use colunas para GC de alta eficiência com diâmetro interno de 0,15/0,18 mm para tempo de análise mais curtos sem perda de resolução.
- Use a Fonte de íons autolimpante JetClean Agilent para reduzir substancialmente a necessidade de limpeza manual da fonte, especialmente com amostras de matriz complexa. A limpeza contínua da fonte com hidrogênio (0,33 mL/min) demonstrou melhoraria significativa na linearidade da calibração e na precisão da resposta ao longo do tempo na análise de PAHs.
- Deixe os padrões de PAH atingirem a temperatura ambiente antes de diluir ou preparar as misturas de calibração, uma vez que os PAHs de maior peso molecular podem “cair” da solução durante o armazenamento refrigerado.
- Use uma lente extratora de 9 mm para minimizar as superfícies disponíveis para deposição de PAHs.



Notas de aplicação

Consulte as seguintes notas de aplicação da Agilent para obter condições de preparo de amostras e detalhes de otimização de métodos de GC:

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 ([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](#)

Produtos recomendados para análise de PAHs em amostras de alimentos

A tabela a seguir lista os produtos necessários para a análise de PAHs de matrizes alimentares. Clique [aqui](#) para adicionar todos esses itens à sua lista My Favorites (Meus favoritos) na Agilent store. * Em alternativa, clique no link "MyLists" (Minhas listas) em cada título da tabela para adicionar todos esses itens à sua lista My Favorites (Meus favoritos). Você pode inserir as quantidades dos produtos de que precisa. A sua lista permanecerá em My Favorites (Meus favoritos) para você usar em pedidos futuros.

Item	Part Number
Ver MyList (Minha lista) de consumíveis para preparo de amostras	
Cartucho para Remoção avançada de matriz-Lipídios Agilent Captiva, 3 mL, 300 mg	5190-1003
Homogeneizadores cerâmicos	5982-9312
Manifold de pressão positiva com processadores Agilent (PPM-48)	5191-4101
Cartucho para Remoção avançada de matriz-Lipídios Agilent Captiva, 6 mL, 600 mg	5190-1004
Agilent Bond Elut Jr PSA, 500 mg	12162042B
Ver MyList (Minha lista) de padrões	
Kit de padrões para PAH (15+1) UE; 250 µg/mL	5190-0487
Padrão para PAH da EPA (padrão de calibração); 500 µg/mL	8500-6035
Acesse www.agilent.com/chem/standards para outras opções de volume e concentração de padrões	
Ver MyList (Minha lista) de consumíveis para injetor	
Septos de injetor, Advanced Green, antiaderentes, 11 mm, 50/pacote	5183-4759
Septos de injetor, Advanced Green, antiaderentes, 11 mm, 100/pacote	5183-4759-100
Splitless Ultra Inert, cone único, lã de vidro	5190-2293
Liner de cone único splitless Ultra Inert com vidro de fritada	5190-5112
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
Colar de reposição para porcas com ajuste automático	G3440-81012
Anilhas 15% grafite/85% Vespel, 0,4 mm de d.i., 10/pacote	5181-3323
Seringa de ALS de 5 µL, agulha fixa, 23-26s/42/cone	5181-1273
Seringa de ALS de 5 µL, agulha fixa, 23-26s/42/cone, 6/pacote	5181-8810
Seringa de ALS de 10 µL, agulha fixa, 23-26s/42/cone	5181-1267
Seringa de ALS de 10 µL, agulha fixa, 23-26s/42/cone, 6/pacote	5181-3360
Loop de ampliação 20x	430-1020
Ver MyList (Minha lista) de colunas para GC 7890, 8890 e 8860	
Coluna Agilent J&W DB-EUPAH, 20 m x 0,18 mm, 0,14 µm	121-9627
Coluna Agilent J&W DB-5ms 20 m x 0,18 mm, 0,18 µm	121-5522UI
Coluna Agilent J&W Select PAH, 30 m x 0,25 mm, 0,15 µm	CP7462
Coluna Agilent J&W Select PAH, 15 m x 0,15 mm, 0,10 µm	CP7461
Tubulação de sílica fundida inerte, 5 m, 0,15 mm	160-7625-5



*Caso esta seja a sua primeira vez usando a Agilent store, será solicitado que você digite o seu endereço de e-mail para verificação da conta. Se não tiver uma conta Agilent registrada, é necessário se [registrar](#) para obter uma. O recurso "My List" (Minha lista) é válido apenas nas regiões onde o e-commerce está habilitado. Todos os itens também podem ser pedidos por meio dos seus canais de vendas e distribuidor regulares. Não disponível em todos os países. Entre em contato com seu representante de vendas local para obter mais informações sobre disponibilidade.

Ver MyList (Minha lista) de colunas para GC Intuvo	
Coluna Agilent J&W DB-EUPAH, coluna para GC Intuvo 20 m x 0,18 mm, 0,14 µm	121-9627-INT
Coluna Agilent J&W DB-5ms 20 m x 0,18 mm, 0,18 µm	121-5522UI-INT
Coluna Agilent J&W Select PAH, coluna para GC Intuvo, 30 m x 0,25 mm, 0,15 µm	CP7462-INT
Coluna Agilent J&W Select PAH, 15 m x 0,15 mm, 0,10 µm	CP7461-INT
Ver MyList (Minha lista) de consumíveis para Intuvo	
Guard Chip, Split/Splitless Intuvo	G4587-60565
Chip para injetor Intuvo	G4581-60031
Chip de fluxo, Intuvo, D2-MS	G4581-60033
Chip de fluxo, Intuvo, extremidade terminal prensada para HES de MS	G4590-60109
Vedação de poliimida para injetor/MSD (Intuvo)	5190-9072
Ver MyList (Minha lista) de consumíveis para MS	
Filamento para EI (para sistemas 7000A/B/C/D, 5977B Inert Plus, extrator 5977A, inerte ou aço inoxidável e 5975)	G7005-60061
Filamento de HES para GC/MS triplo quadrupolo 7010	G7002-60001
Placa de descarga, 9 mm, fonte inerte	G3440-20022
Placa de descarga, 9 mm, fonte de extração	G3870-20449
Ver MyList (Minha lista) 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
Kits de filtro para limpeza da linha de gases para Intuvo	CP17995
Ver MyList (Minha lista) de vials e tampas	
2 mL rosqueável, âmbar, com área para identificação, desativado, certificado, 100 unidades	5183-2072
Tampas rosqueáveis, azuis, certificadas, septos de PTFE/silicone/PTFE	5182-0723
Insert de vial de 100 µL, vidro com suporte de polímero	5181-8872
2 mL, rosqueável, âmbar com área de identificação, certificado, 100/pacote	5182-0716
Tampa rosqueável azul de 9 mm, septo de PTFE/RS, 500/pacote	5185-5820

Para obter mais informações acesse: www.agilent.com/chem/standards



A Agilent também possui padrões para PAH da EPA de 500 µg/mL e para PAH da UE (15+1) de 250 µg/mL e todos os consumíveis para GC necessários para analisar PAHs na matriz alimentar de forma confiável e reprodutível, mesmo a nível de rastreamento.

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