

APPLICATION NOTE

Bestimmung von Dioxinen und PCBs in Lebens- und Futtermitteln (Fettextraktion als Probenvorbereitung)

Methode basierend auf **DIN EN ISO 16215:2012-07 Part 10.3. B II** – Futtermittel – Bestimmung von Dioxinen und dioxin-ähnlichen PCBs mittels GC/HRMS, **EPA 1613** – Tetra-Through Octa-Chlorinated Dioxins and Furans by Isotope HRGC/HRMS, **EPA 1668** – Toxic Polychlorinated Biphenyls by Isotope Dilution HRGC/HRMS



Einleitung

Im allgemeinen Sprachgebrauch werden unter dem Begriff der Dioxine mehrere organische Verbindungen zusammengefasst die zu den chlorierten Dioxinen (PCDD) und chlorierten Furanen (PCDF) zählen. Zusammen mit den dioxin-ähnlichen Polychlorierten Biphenylen (PCB) gehören diese wiederum zu den persistenten organischen Schadstoffen – im englischen persistent organic pollutants (POP). POPs sind hochgiftige Schadstoffe, die sich in der Natur nur sehr langsam abbauen. Sie entstehen meist als unerwünschte Nebenprodukte bei thermischen und industriellen Prozessen, wie z.B. in Verbrennungsanlagen, bei Waldbränden oder einem Hausbrand. Trotz des verhältnismäßig geringen natürlichen Vorkommens von Dioxinen und PCBs, können diese für den Menschen durchaus gefährlich werden. Da sie nämlich fettlöslich bzw. lipophil sind, reichern sie sich im Fettgewebe von Menschen und Tieren an und können im Laufe der Nahrungskette höhere Konzentrationen erreichen. Der Mensch nimmt Dioxine beispielweise überwiegend durch tierische Produkte wie Fleisch, Eier, Fisch oder Milch auf. Da sich die Dioxine und PCBs nur sehr langsam abbauen, können sich dadurch gesundheitsgefährdende Mengen im menschlichen Körper ansammeln und unter anderem Krebs auslösen. Daher gelten mittlerweile weltweit strenge Grenzwerte für Dioxine und PCBs in Lebens- und Futtermitteln. Die tolerierbare tägliche Aufnahme liegt lt. WHO z.B. bei 1 – 4 Piktogramm pro Kilogramm Körpergewicht. Im Rahmen von Lebensmittel-Monitoring werden Lebens- und Futtermittel daher von öffentlichen Stellen auf die Dioxinbelastung hin untersucht. Aber auch lebensmittelverarbeitende Unternehmen sind dazu verpflichtet, im Rahmen von Eigenkontrollen, die Qualität der verwendeten Rohstoffe zu dokumentieren. Häufig wird auch Muttermilch auf die Dioxinbelastung geprüft, was unter anderem als Referenz für die Dioxinbelastung der Gesamtbevölkerung herangezogen wird. Da Dioxine und PCBs fettlöslich sind, eignet sich SOX THERM als System zur Fettbestimmung ideal zur Probenvorbereitung für die anschließende Analyse von Dioxinen und PCBs mittels Gaschromatographie (GC) und Massenspektrometrie (MS).

C. Gerhardt Geräte:

- SOX THERM

Zusätzliche Ausstattung:

- GPC / HPLC
- GC-MS
- Ofen
- Exsikkator

APPLICATION NOTE

Die Methode

Probenvorbereitung

Zerkleinerung und Homogenisierung der Probe mit einer geeigneten Methode auf eine Partikelgröße von ca. 1 mm. Zudem werden die Proben durch Verreibung mit Natriumsulfat und Seesand getrocknet.

Probeneinwaage

Ein repräsentativer Teil der Probe wird auf $\pm 0,1$ mg genau direkt in die vorextrahierte Extraktionshülse eingewogen und mit vorextrahierter Watte abgedeckt. Je nach Detektionsmethode ist für die Quantifizierung ein interner Standard einzuwiegen.

Extraktion

Nach Zugabe eines geeigneten Lösungsmittels wird die Probe entweder klassisch in einer Soxhlet Apparatur oder zeiteffizient im SOXTHERM (~1-2h) extrahiert.

Aufreinigung

Nach erfolgreicher Extraktion wird der Rückstand im Extraktionsbecher durch geeignete Reinigungsverfahren (z.B. Gel-Permeations-Chromatographie (GPC) oder Hochleistungsflüssigkeitschromatographie (HPLC)).

Detektion

Die aufgereinigte Probe wird durch eine geeignete Detektionsmethode analysiert (z.B. GC-(HR)MS).

Alternative Methode mit HYDROTHERM und SOXTHERM:

Eine alternative experimentelle Methode zur Probenmatrix unabhängigen Bestimmung des Dioxingehalts wurde in Zusammenarbeit mit der Food and Drug Administration (FDA) entwickelt. Weitere Informationen sind in folgender Veröffentlichung zu finden:

J.C. Archer, R.G. Jenkins Jr., *J. Chromatogr.*, **2017**, B 1041–1042, 70–76.

APPLICATION NOTE

Analyseergebnisse für Zinkoxid

Kongenere	Standardabweichung	Wiederfindung
2,3,7,8-TCDD	0.025244467	87.66810345
1,2,3,7,8-PeCDD	0.175425676	111.234375
1,2,3,4,7,8-HxCDD	0.268234535	85.74002217
1,2,3,6,7,8-HCDD	0.187068963	90.55260047
1,2,3,7,8,9-Hexa CDD	0.344476386	86.66143822
1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	1.764433337	88.06133625
Octa CDD	1.812959425	99.89959839
2,3,7,8-TCDF	0.102194419	95.92411839
1,2,3,7,8-PeCDF	0.614111083	111.1676578
2,3,4,7,8-PeCDF	1.32486836	95.55419781
1,2,3,4,7,8-HxCDF	3.427227606	98.68334213
1,2,3,6,7,8-HxCDF	1.636451358	97.90557404
2,3,4,6,7,8-HxCDF	2.229423535	113.8436939
1,2,3,7,8,9-HxCDF	0.539590035	91.12525458
1,2,3,4,6,7,8-HpCDF	2.251761463	117.1330846
1,2,3,4,7,8,9-HpCDF	2.54736345	109.4093407
Octa CDF	4.344917424	118.5165006

Fazit

Da Dioxine lipophile Stoffe sind, eignet sich SOXTHERM als automatische Fettextraktionseinheit ideal zur Probenvorbereitung für die anschließende Dioxinbestimmung. In Kombination mit der entsprechenden Applikation für die Bestimmung von Dioxinen und PCBs in Lebens- und Futtermitteln kann der Anwender die Probenvorbereitung zeit- und kosteneffizient durchführen. Alternativ zur Standardmethode kann die Probenvorbereitung auch mit einer zusätzlichen Hydrolyse mit HYDROTHERM durchgeführt werden. Damit kann der Probendurchsatz noch weiter erhöht werden.

Für weitere Informationen oder andere Anwendungen wenden Sie sich bitte an:

application@gerhardt.de