

NOTA DE APLICACIÓN

Determinación de dioxinas y PCB en alimentos y piensos (extracción de grasa como preparación de la muestra)

Método basado en **DIN EN ISO 16215:2012-07 Parte 10.3. B II** - Alimentos para animales - Determinación de dioxinas y PCB similares a las dioxinas por GC/HRMS, **EPA 1613** - Dioxinas y furanos tetra-octa-clorados por HRGC/HRMS de isótopos, **EPA 1668** - Bifenilos policlorados tóxicos por HRGC/HRMS de dilución de isótopos.



Introducción

En el lenguaje común, el término dioxinas engloba varios compuestos orgánicos que pertenecen al grupo de las dioxinas cloradas (PCDD) y los furanos clorados (PCDF). Junto con los bifenilos policlorados (PCB), similares a las dioxinas, pertenecen al grupo de los contaminantes orgánicos persistentes (COP). Los COP son contaminantes muy tóxicos que se degradan muy lentamente en la naturaleza. Suelen producirse como subproductos no deseados de procesos térmicos e industriales, como plantas incineradoras, incendios forestales o domésticos. A pesar de la relativamente baja presencia natural de dioxinas y PCB, pueden ser bastante peligrosos para el ser humano. Al ser liposolubles o lipofílicos, se acumulan en el tejido adiposo de las personas y los animales y pueden alcanzar concentraciones más elevadas en el curso de la cadena alimentaria. Los humanos, por ejemplo, absorbemos las dioxinas principalmente a través de productos animales como la carne, los huevos, el pescado o la leche. Dado que las dioxinas y los PCB se degradan muy lentamente, pueden acumularse cantidades peligrosas en el cuerpo humano y provocar cáncer, entre otras cosas. Por este motivo, actualmente se aplican en todo el mundo límites estrictos para las dioxinas y los PCB en alimentos y piensos. Según la OMS, la ingesta diaria tolerable es, por ejemplo, de 1 a 4 pictogramas por kilogramo de peso corporal. En el marco del control alimentario, las autoridades públicas examinan los alimentos y los piensos para detectar la contaminación por dioxinas. Pero las empresas de transformación de alimentos también están obligadas a documentar la calidad de las materias primas utilizadas en el marco de sus propias inspecciones. A menudo, también se analiza la leche materna para detectar la contaminación por dioxinas, que se utiliza, entre otras cosas, como referencia de la contaminación por dioxinas del conjunto de la población. Dado que las dioxinas y los PCB son liposolubles, el SOX THERM, como sistema para la determinación de grasas, es idóneo para la preparación de muestras para el posterior análisis de dioxinas y PCB mediante cromatografía de gases (GC) y espectrometría de masas (MS).

C. Dispositivos Gerhardt:

- SOX THERM

Equipamiento adicional:

- GPC / HPLC
- GC-MS
- Horno
- Desecador

NOTA DE APLICACIÓN

El método

Preparación de las muestras

Trituración y homogeneización de la muestra con un método adecuado hasta un tamaño de partícula de aproximadamente 1 mm. Además, las muestras se secan por trituración con sulfato sódico y arena marina.

Pesaje de muestras

Una porción representativa de la muestra se pesa directamente en el tubo de extracción preextraída con una precisión de $\pm 0,1$ mg y se cubre con algodón preextraído. Dependiendo del método de detección, debe pesarse un patrón interno para la cuantificación.

Extracción

Tras añadir un disolvente adecuado, la muestra se extrae de forma clásica en un aparato Soxhlet o de forma temporizada en el SOXTHERM (~1-2h).

Depuración

Tras una extracción satisfactoria, el residuo del vaso de extracción se purifica mediante procedimientos de purificación adecuados (por ejemplo, cromatografía de permeación en gel (GPC) o cromatografía líquida de alta resolución (HPLC)).

Detección

La muestra purificada se analiza mediante un método de detección adecuado (por ejemplo, GC-(HR)MS).

Método alternativo con HYDROTHERM y SOXTHERM:

En colaboración con la Food and Drug Administration (FDA) se ha desarrollado un método experimental alternativo para la determinación del contenido de dioxinas independientemente de la matriz de la muestra. Encontrará más información en la siguiente publicación:

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

NOTA DE APLICACIÓN

Resultados de los análisis de óxido de zinc

Congéneres	Desviación típica	Recuperación
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

Conclusión

Dado que las dioxinas son sustancias lipofílicas, el SOX THERM, como unidad automática de extracción de grasas, es ideal para la preparación de muestras para la posterior determinación de dioxinas. En combinación con la aplicación correspondiente para la determinación de dioxinas y PCB en alimentos y piensos, el usuario puede realizar la preparación de la muestra de forma rentable y rápida. Como alternativa al método estándar, la preparación de la muestra también puede realizarse con una hidrólisis adicional con HYDROTHERM. Esto permite aumentar aún más el rendimiento de las muestras.

Para más información u otras solicitudes, póngase en contacto con

application@gerhardt.de