

NOTA APPLICATIVA

Determinazione delle diossine e PCB negli alimenti e nei mangimi (estrazione di grasso per la preparazione dei campioni)

Metodo basato su DIN EN ISO 16215:2012-07 Part 10.3. B II – Mangimi – Determinazione di diossine e PCB diossina-simili mediante 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



Introduzione

Nel linguaggio comune il termine “diossine” racchiude diversi composti organici che fanno parte delle diossine clorurate (PCDD) e dei furani clorurati (PCDF). Assieme ai policlorobifenili diossina-simili (PCB), anche queste sostanze fanno parte degli inquinanti organici persistenti (in inglese persistent organic pollutants, POP). I POP sono sostanze altamente velenose che rimangono nell’ambiente per molto tempo. Questi inquinanti si formano per lo più come sottoprodotti indesiderati nei processi termici e industriali, ad esempio negli impianti di combustione, negli incendi boschivi o delle abitazioni. Nonostante la presenza naturale proporzionalmente ridotta, le diossine e i PCB potrebbero comunque essere pericolosi per l’uomo. Dato che queste sostanze sono liposolubili (lipofile), si accumulano nei tessuti adiposi dell’uomo e degli animali e possono raggiungere concentrazioni elevate lungo l’intera catena alimentare. L’uomo assume le diossine, ad esempio, principalmente dai prodotti di origine animale come ad esempio carne, uova, pesce o latte. Dato che diossine e PCB vengono smaltite molto lentamente, possono accumularsi nel corpo quantità pericolose con rischio anche di cancerogenicità. Per questo motivo in tutto il mondo esistono valori limite particolarmente rigidi per diossine e PCB negli alimenti e nei mangimi. Secondo l’OMS, ad esempio, l’assunzione giornaliera tollerabile è di 1 – 4 picogrammi per chilogrammo di peso corporeo. Nell’ambito del monitoraggio degli alimenti, gli enti pubblici controllano il valore di diossina negli alimenti e nei mangimi. Anche le aziende addette alla lavorazione dei prodotti alimentari sono obbligate a protocollare la qualità delle materie prime impiegate ai sensi dell’autocontrollo. Spesso viene controllato il contenuto di diossine anche nel latte materno: questo valore viene utilizzato come riferimento per l’inquinamento da diossine della popolazione complessiva. Dato che le diossine e i PCB sono liposolubili, SOXTHERM è il sistema ideale per la determinazione dei grassi e per la preparazione dei campioni per l’analisi di diossine e PCB mediante gascromatografia (GC) e spettrometria di massa (MS).

Apparecchi C. Gerhardt:

- SOXTHERM

Ulteriore dotazione:

- GPC / HPLC
- GC-MS
- Forno
- Essiccatore

NOTA APPLICATIVA

Il metodo

Preparazione del campione

Comminuzione e omogeneizzazione del campione con un metodo adeguato fino a una granulometria di circa 1 mm. Inoltre i campioni vengono essiccati mediante triturazione con solfato di sodio e sabbia marina.

Pesata del campione

Una quantità rappresentativa del campione viene pesata direttamente nel ditale da estrazione pre-estratto con tolleranza di precisione $\pm 0,1$ mg e coperto con ovatta pre-estratta. A seconda del metodo di rilevamento, per la quantificazione deve essere utilizzato uno standard interno.

Estrazione

Una volta aggiunto un solvente adatto, il campione viene estratto tradizionalmente in un apparecchio Soxhlet o più velocemente nel SOXTHERM (~1-2 h).

Pulizia

Una volta eseguita l'estrazione, il residuo nel becher di estrazione viene pulito con una procedura adatta, ad esempio la cromatografia a permeazione di gel (GPC) o la cromatografia liquida ad alta prestazione (HPLC).

Rilevamento

Il campione pulito viene analizzato con un metodo di rilevamento adeguato (ad esempio GC-(HR)MS).

Metodo alternativo con HYDROTHERM e SOXTHERM:

Per la determinazione delle diossine è stato sviluppato, in collaborazione con la Food and Drug Administration (FDA), un metodo sperimentale alternativo, indipendente dalla matrice campioni. Per ulteriori informazioni consultare la seguente pubblicazione:
J.C. Archer, R.G. Jenkins Jr., *J. Chromatogr.*, 2017, B 1041–1042, 70–76.

NOTA APPLICATIVA

Risultati delle analisi ossido di zinco

Congeneri	Deviazione standard	Recupero
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

Conclusioni

Dato che le diossine sono lipofile, l'unità automatica per l'estrazione dei grassi SOXTHERM è ideale per la preparazione dei campioni ai fini della determinazione delle diossine. In combinazione con l'applicazione corrispondente per la determinazione delle diossine e dei PCB negli alimenti e nei mangimi, l'utente può eseguire la preparazione del campione con un sostanziale risparmio di tempo e di costi. In alternativa al metodo standard, la preparazione dei campioni può essere eseguita anche con l'ulteriore idrolisi mediante HYDROTHERM. In questo modo è possibile aumentare ulteriormente il flusso di campioni.

Per ulteriori informazioni o altre applicazioni contattare:

application@gerhardt.de