

Referenzmaterialien: mehr Sicherheit für die PAK - Analytik von Lebensmitteln

In unserem Newsletter „[Produkte & Applikationen GC 14 2016](#)“ haben wir mit der Rxi-PAH bereits eine spezialisierte GC-Säule für die Analytik von Polyzyklischen Aromatischen Kohlenwasserstoffen (PAK) in Lebensmitteln vorgestellt.

➔ Für präzise Ergebnisse ist jedoch nicht nur die GC-Säule ausschlaggebend, denn auch die eingesetzten **Referenzmaterialien** haben einen wesentlichen Anteil an der Zuverlässigkeit der Analyseergebnisse. Als Bezugsgröße in der Chromatografie ermöglichen Referenzmaterialien zum einen die Identifizierung und Quantifizierung der Probenbestandteile und leisten zum anderen einen wichtigen Beitrag, um die Genauigkeit und Vergleichbarkeit der Messwerte sicher zu stellen.



Referenzstandards werden von den Untersuchungslaboratorien oft in Eigenregie hergestellt. Vor allem die Herstellung von Multikomponenten-Standards bereitet in der Praxis oft einen erheblichen Mehraufwand und birgt zudem ein gewisses Fehlerrisiko. Einfacher und sicherer ist es, die Referenzmaterialien von einem kompetenten Hersteller zu beziehen.

Um Vertrauen in die Verwendung von Referenzstandards zu schaffen, hat die International Organization for Standardization Normen erarbeitet, durch die die Herstellung und Charakterisierung von Referenzmaterialien durch zahlreiche Richtlinien geregelt wird und strengen Prüfungen unterliegt. In Kombination mit ISO 9001 und der Akkreditierung nach ISO/IEC 17025 bietet Restek mit der Produktion nach ISO Guide 34 die größte Sicherheit, die ein Hersteller von Referenzmaterialien realisieren kann (ISO Guide 34: “Like getting standards from NIST”). Dies bedeutet auch die Bereitstellung der erforderlichen Dokumentation, um einem Audit standzuhalten.



Unter diesem Qualitätsschirm führt Restek verschiedene Referenzmaterialien, die dem Analytiker mehr Sicherheit für die PAK-Analytik von Lebensmitteln bietet.

EFSA PAH4 Standard

- ✓ Komponenten gelten als besonders kanzerogen
- ✓ Lösungsmittel Toluol verspricht gute Haltbarkeit durch vergleichsweise geringe Flüchtigkeit sowie gute Mischbarkeit mit den bei der QuEChERS-Vorbereitung verwendeten Lösungsmitteln
- ✓ Hohe Konzentration von 1000 µg/ml bietet viel Spielraum für wirtschaftlich sinnvolle Verdünnungen

Benz[a]anthracene	(56-55-3)
Benzo[a]pyrene	(50-32-8)
Benzo[b]fluoranthene	(205-99-2)
Chrysene	(218-01-9)

Je 1000 µg/ml in Toluol - 1 ml/Ampulle

#32469

EU 15+1 PAH Standard

- ✓ umfasst die von der Europäischen Behörde für Lebensmittelsicherheit (EFSA) als kritisch eingestuften 16 PAK
- ✓ Lösungsmittel Toluol verspricht gute Haltbarkeit durch vergleichsweise geringe Flüchtigkeit sowie gute Mischbarkeit mit den bei der QuEChERS-Vorbereitung verwendeten Lösungsmitteln
- ✓ Standard sowohl für die Analyse mit GC als auch mit LC geeignet, da er gut mit verschiedensten Lösungsmitteln mischbar ist
- ✓ vergleichsweise höheren Konzentration von 100 µg/ml bietet viel Spielraum für wirtschaftlich sinnvolle Verdünnungen

Benz(a)anthracene	(56-55-3)
Benzo(a)pyrene	(50-32-8)
Benzo(b)fluoranthene	(205-99-2)
Benzo(c)fluorene (3,4-Benzofluorene)	(205-12-9)
Benzo(g,h,i)perylene	(191-24-2)
Benzo(j)fluoranthene	(205-82-3)
Benzo(k)fluoranthene	(207-08-9)
Chrysene	(218-01-9)
Cyclopenta(c,d)pyrene	(27208-37-3)
Dibenzo(a,e)pyrene	(192-65-4)
Dibenz(a,h)anthracene	(53-70-3)
Dibenzo(a,h)pyrene	(189-64-0)
Dibenzo(a,i)pyrene	(189-55-9)
Dibenzo(a,l)pyrene	(191-30-0)
Indeno(1,2,3-cd)pyrene	(193-39-5)
5-Methylchrysene	(3697-24-3)

Je 100 µg/ml in Toluol - 1 ml/Ampulle

#32470

PAH Interference Standard

Dieser Standard unterstützt die Bewertung von GC-Methoden zur Bestimmung von PAK, indem es ausgeschlossen werden kann, dass es bei schlechter Performance der Säule aufgrund von Co-Elutionen relevanter PAK mit isobaren Verbindungen zu falsch positiven Ergebnissen kommt. Kritische Co-Elutionen sind:

- Triphenylen und Chysen
- Benzo[b]fluoranthen und Benzo[k] fluoranthen
- Benzo[b]fluoranthen and Benzo[j]fluoranthen
- Benzo[e]pyren und Benzo[a]pyren
- Perylen und Benzo[a]pyren

Wir empfehlen, zunächst den EU PAK 15+1 Standard zu fahren und im Anschluss unter identischen Bedingungen den Standard für die Interferenzen zu injizieren. Die Chromatogramme werden dann übereinander gelegt, um zu überprüfen wie gut die Trennung der relevanten PAK von den zur Co-Elution neigenden PAK ist. Die höheren Konzentrationen des Interference Standards ermöglicht deren eindeutige Bestimmung über den Response-Faktor, da MS bei den isobaren Komponenten nicht genutzt werden kann.

Es können sowohl bei einer neu installierten Methode die erforderlichen Trennungen überprüft werden (Stichwort Installation quality - IQ) als auch bereits bestehende Systeme auf ihre Genauigkeit hin überwacht werden (Stichwort Operation quality - OQ).

Benzo[j]fluoranthene	(205-82-3)	750 µg/ml
Benzo[k]fluoranthene	(207-08-9)	1000 µg/ml
Benzo[e]pyrene	(192-97-2)	500 µg/ml
Perylene	(198-55-0)	250 µg/ml
Triphenylene	(217-59-4)	750 µg/ml

1 ml/Ampulle

#32472

**Haben Sie Fragen zu dieser Problematik oder benötigen Sie weitere Informationen dazu?
Kontaktieren Sie uns!**

Dr. Dörte Lohrberg, Tel. 06172/2797-60, Email doerte.lohrberg@restekgmbh.de

