



PFAS – Analytische Methode für pflanzliche Matrices



T Radykewicz, M Schmitt, F Hansert, R Lippold

Chemisches und Veterinäruntersuchungsamt (CVUA) Freiburg, Bissierstraße 5, 79114 Freiburg i. Br.

45. Lebensmittelchemikertag

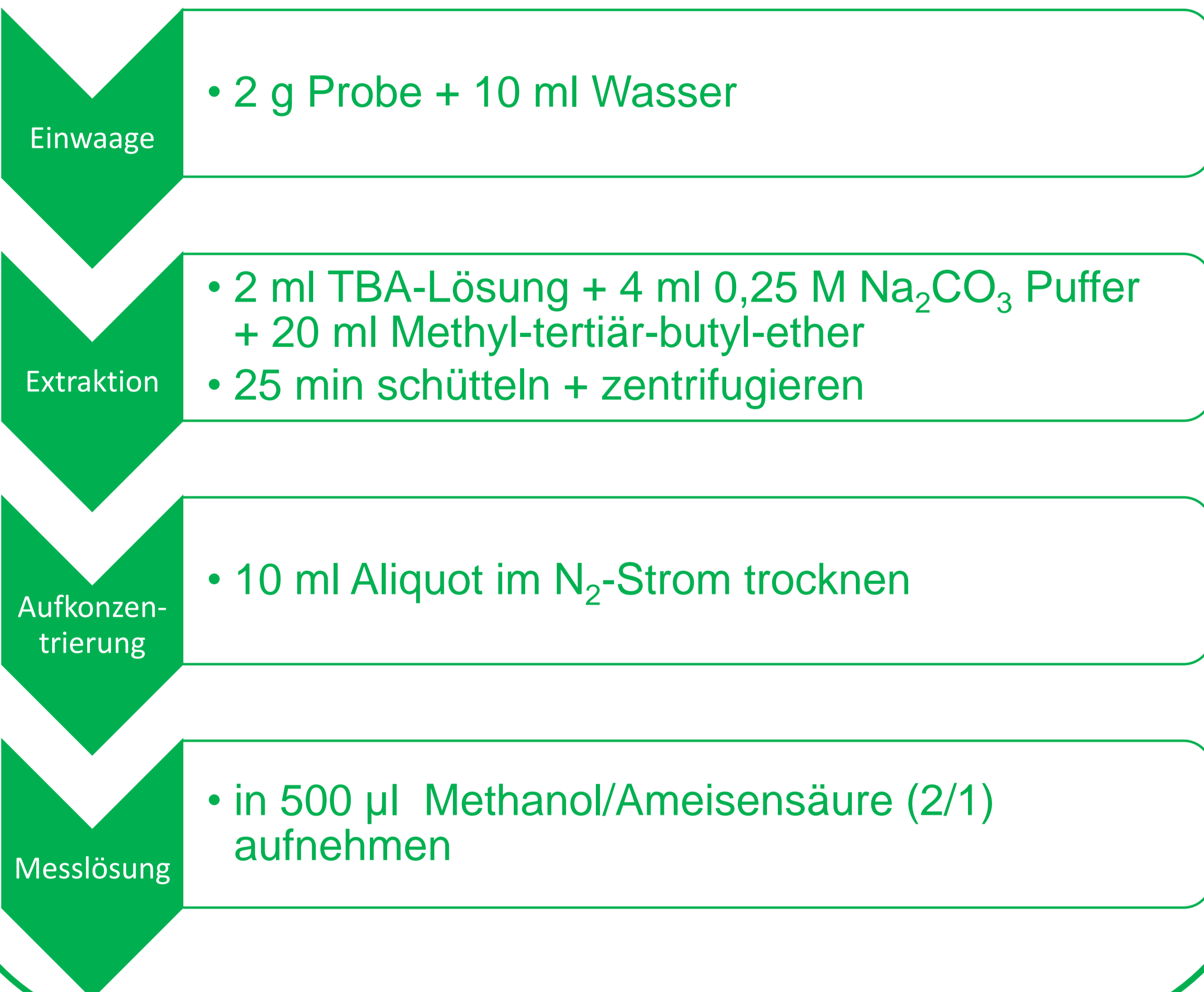
Einleitung

Wenn viele verschiedene Matrices untersucht werden sollen, gibt es nicht immer nur **die eine Methode**. Obwohl für tierische Lebensmittel (siehe Poster **KON010**) bereits eine deutlich vereinfachte Aufarbeitung etabliert werden konnte, war deren Anwendung für pflanzliche Lebensmittel nicht möglich. Die Matrixinterferenzen in der Messung waren zu stark. Eine für PFOS und PFOA in pflanzlichen Lebensmitteln vorliegende Methode konnte aber problemlos auf das unten aufgeführte Spektrum erweitert werden.



Aufarbeitung

Glas bindet Perfluorierte Alkylsubstanzen (PFAS) und führt zu schlechten Wiederfindungen oder schlimmstenfalls zu falsch negativen Befunden. Teflon sorgt für falsch positive Befunde. Es darf daher zu keinem Kontakt der Proben mit Glas oder Teflon kommen.



Validierung

Die Validierung wurde mit sieben verschiedenen Matrices (Mais, Tomate, Erdbeere, Johannisbeeren, Spargel, Kopfsalat und Kartoffel) auf vier Niveaus (1,0 / 2,0 / 5,0 / 10 µg/kg) durchgeführt. Die Überprüfung mit Standards in Matrixextrakt (matrix-matched Standards) ergab, dass das Verfahren für alle Analyten im Bereich von 1 - 100 µg/kg linear ist.

Analyt	Verfahrensstandardabweichung	Verfahrensvariationskoeffizient %	Messunsicherheit (U) %	Wiederfindung %	Bestimmungsgrenze µg/kg
PFBA	0,237	7%	20%	108	1
PFPeA	0,374	10%	35%	79	2
PFBS	0,394	11%	35%	109	2
PFHxA	0,280	8%	25%	105	2
PFHxS	0,200	6%	20%	104	1
PFHpA	0,387	11%	35%	106	2
PFHpS	0,249	7%	25%	112	1
PFOA	0,329	9%	30%	107	1
PFOS	0,241	7%	20%	104	1
PFNA	0,181	5%	15%	103	1
PFDA	0,157	4%	15%	106	1
PFDS	0,332	9%	30%	89	1
PFOA	0,209	6%	20%	105	1
PFDoDA	0,400	11%	35%	103	2
PFTeDA	0,640	18%	55%	111	3
PFTeDA	0,622	17%	55%	130	3

Messung

HPLC Parameter

Injektionsvolumen: 5 µl
 Fließgeschwindigkeit: 0,3 ml/min
 Temperatur: 25 °C
 Säule: C18
 150 mm x 2.1 mm; 3,5 µm
 HPLC Fließmittel: A: 2 mM Ammoniumacetat
 B: Methanol

Zeit [min]	A [%]	B [%]
0	75	25
15,5	0	100
19,5	0	100
20	75	25

MS Parameter

Ionenquelle: ESI (MRM)
 Polarität: negativ

Zusammenfassung

Vorteile * saubere Extrakte
 * gute Abtrennung der sekundären Inhaltstoffe

Nachteile * hoher Verbrauch von Chemikalien

Ein Problem der PFAS Analytik sind Blindwerte. Es gibt immer wieder Probleme mit Blindwerten aus Pipetten und Messgeräten. Eine Blindwertkontrolle ist daher ratsam.

Abkürzungen

PFBA	Perfluorbutansäure	PFHxS	Perfluorhexansulfonsäure
PFBS	Perfluorbutansulfonsäure	PFNA	Perfluorononansäure
PFDA	Perfluordecansäure	PFOA	Perfluordecansäure
PFDoDA	Perfluordodecansäure	PFOS	Perfluordecansulfonsäure
PFDS	Perfluordecansulfonsäure	PFPeA	Perfluorpentansäure
PFHpA	Perfluorheptansäure	PFTeDA	Perfluortetradecansäure
PFHpS	Perfluorheptansulfonsäure	PFTeDA	Perfluortetradecansäure
PFHxA	Perfluorhexansäure	PFUnA	Perfluorundecansäure

