



# PFAS – Analytische Methode für tierische Matrices



T Radykewicz, K Thoma, F Hansert, R Lippold

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

45. Lebensmittelchemikertag

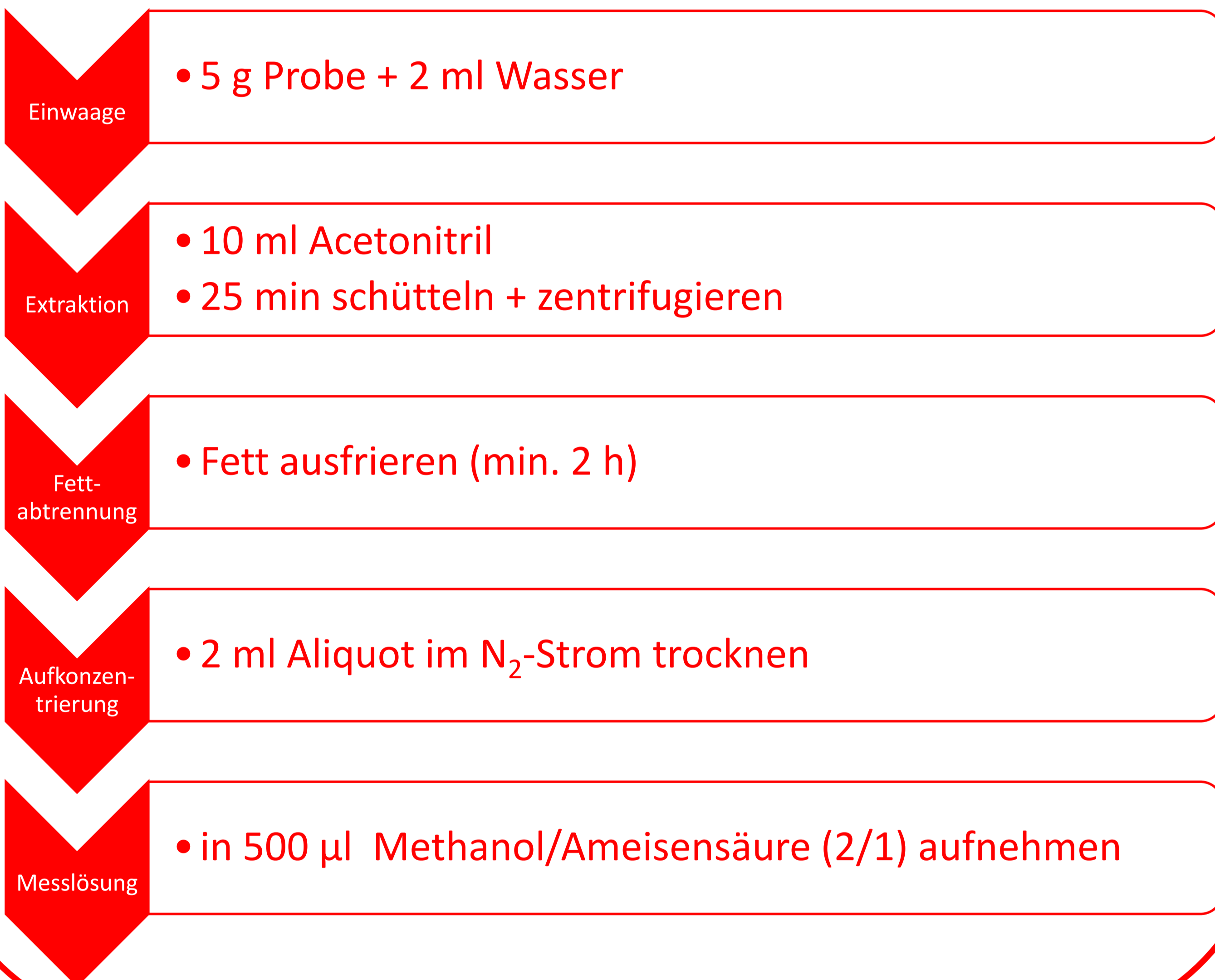
## Einleitung

(Alb-)Traum eines jeden Analytikers ist der Skandal direkt vor der eigenen Haustür. Ein Kontaminationsfall, der mehr als nur die alt bekannten Stoffe PFOS und PFOA abdeckt. Die Aussicht auf mehr Proben und kürzere Bearbeitungszeiten bedeutet aber auch eine Herausforderung für Aufarbeitung und Messung. Vor allem die Optimierung der Aufarbeitung war uns ein Anliegen. Die bereits etablierte Methode (siehe Poster [KON009](#)) war zur Untersuchung von Leberproben nicht geeignet. Hier waren weitere Reinigungsschritte notwendig, um Matrixinterferenzen bei der Messung zu reduzieren.



## 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 (Reh (Herz, Leber, Niere), Fisch (Aal, Seelachs), Milch und Ei) 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	0,316	5%	20%	103	2
PFPeA	0,575	8%	25%	97	3
PFBS	0,479	7%	20%	122	2
PFHxA	0,236	4%	20%	107	2
PFHxS	0,438	6%	20%	107	2
PFHpA	0,402	5%	20%	102	2
PFHpS	0,381	6%	20%	106	2
PFOA	0,349	5%	20%	107	2
PFOS	0,441	6%	20%	106	2
PFNA	0,338	5%	20%	104	2
PFDA	0,214	4%	20%	106	2
PFDS	0,099	5%	20%	97	2
PFUnA	0,239	4%	20%	108	2
PFDoDA	0,561	8%	25%	108	3
PFTTrDA	0,408	8%	25%	107	2
PFTeDA	0,372	7%	25%	110	2

## 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**
- \* nur wenige verschiedene Chemikalien
  - \* die Methode ist auch für schwierige tierische Matrices, wie z.B. Leber, gut geeignet
- Nachteile**
- \* „unsaubere“ Extrakte, es erfolgt nur eine Fettabtrennung

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	Perfluorooctansäure
PFDoDA	Perfluordodecansäure	PFOS	Perfluorooctansulfonsäure
PFDS	Perfluordecansulfonsäure	PFPeA	Perfluorpentansäure
PFHpA	Perfluorheptansäure	PFTeDA	Perfluortetradecansäure
PFHpS	Perfluorheptansulfonsäure	PFTTrDA	Perfluortridecansäure
PFHxA	Perfluorhexansäure	PFUnA	Perfluorundecansäure

