

Bestimmung von Methylquecksilber in marinen Lebensmitteln mittels GC/AED

E. Leonhardt, M. Möllers, T. Kuballa

Einleitung

Quecksilber ist eine Umweltkontaminante, die in verschiedenen chemischen Formen vorliegen kann. Anorganisches Quecksilber in Lebensmitteln ist weitaus weniger toxisch als Methylquecksilber, das als Rückstand in marinen Organismen wie Fisch und Meeresfrüchten vorkommt. Die Europäische Behörde für Lebensmittelsicherheit (EFSA) senkte aufgrund der Studien des National Research Council, USA und des Joint FAO/WHO Expert Committee on Food Additives (JECFA) die vorübergehend tolerierbare wöchentliche Aufnahme von Methylquecksilber auf 1,6 µg/kg Körpergewicht [1].

In der Literatur werden Anteile für Methylquecksilber am Gesamtquecksilbergehalt von ca. 50-100% beschrieben. Auf Grund der unterschiedlichen Toxizität ist eine differenzierte Analytik der verschiedenen Quecksilberspezies unerlässlich, um das tatsächliche Risiko der Verbraucher abzuschätzen.

Ziele

- Eindeutiger Nachweis von Methylquecksilber auch in komplexen Matrices
- Reproduzierbare und schnelle Routinemethode
- Quecksilberspeziesdifferenzierung

Methode

0,5 g Probe, Aufschluss mit Tetramethylammoniumhydroxid

Phenylierung mit Na-tetraphenylborat und Aufreinigung mittels Mikrodestillation

Gaschromatographische Trennung von Methylphenylquecksilber

Detektionsverfahren: Atomemissionsspektrometrie

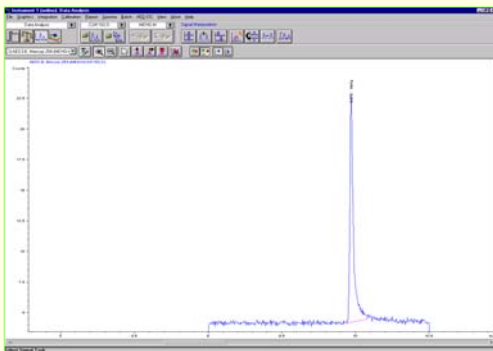


Abb. 1: Chromatogramm einer MePheHg-Standardlösung mit $c(\text{MeHgCl}) = 6,5 \text{ ng/ml}$

GC/AED-Bedingungen

Gaschromatograph: 6890, Fa. Agilent
Trennsäule: ZB1 26 m; 0,25 mm ID, 0,25 µm Film
Säulenfluss: Helium, const. Flow 1,2 ml/min
Injektor: PTV KAS4, Fa. Gerstel
Injektionsvolumen: 1 µl splitless, 1,5 min
Injektionstemperatur: 25°C 0,01 min, 8,0°C/s → 260°C, 10 min
GC-Temp.Programm: 50°C 1,0 min, 10°C/min → 120°C
25°C/min → 280°C, 10 min.
Detektor: HP-G2350 (AED), Fa. Agilent
Kupplung zum AED: direkt, 280°C
Cavity: 230°C
Emission: 254 nm (Hg), 248 nm (C)
Solvent vent: on 0,01 → 9,85 min
10,10 → 24,0 min
Datarate: 5,0 Hz

Fazit

Mit dieser Methode ist die Speziesdifferenzierung von organisch gebundenem Quecksilber möglich. Die Bestimmung von Methylquecksilber ist in komplexen Matrices wie Fisch mit einer relativ einfachen und wenig zeitaufwändigen Probenvorbereitung durchführbar.

Ergebnisse

Die statistischen Nachweis-, Erfassungs- und Bestimmungsgrenzen des Verfahrens nach DIN 32645 sind in der folgenden Tabelle zusammengefasst (Valoo, n=4):

	berechnet als MeHgCl	berechnet als MeHg+	berechnet als Hg
NG	9,4 µg/kg	8,1 µg/kg	7,5 µg/kg
EG	19,1 µg/kg	16,4 µg/kg	15,3 µg/kg
BG	31,9 µg/kg	27,4 µg/kg	25,5 µg/kg

Das Verfahren ist zwischen 0,009 und 0,5 mg/kg MeHgCl linear. Der Bereich oberhalb von 0,5 mg/kg kann durch reduzierte Einwaage oder stärkere Verdünnung abgedeckt werden.

Literatur

1. Pressemitteilung der Europäischen Behörde für Lebensmittelsicherheit (EFSA) „Risikobewertung von Quecksilber in Fisch“ vom 18. März 2004-05-12



Chemisches und Veterinär-
Untersuchungsamt Karlsruhe

