



Vorgestellte Applikation: 3-MCPD und Glycidylester auf Rxi-17Sil MS

Schnellere GC-MS-Analyse von 3-MCPD und Glycidylestern in Speiseölen

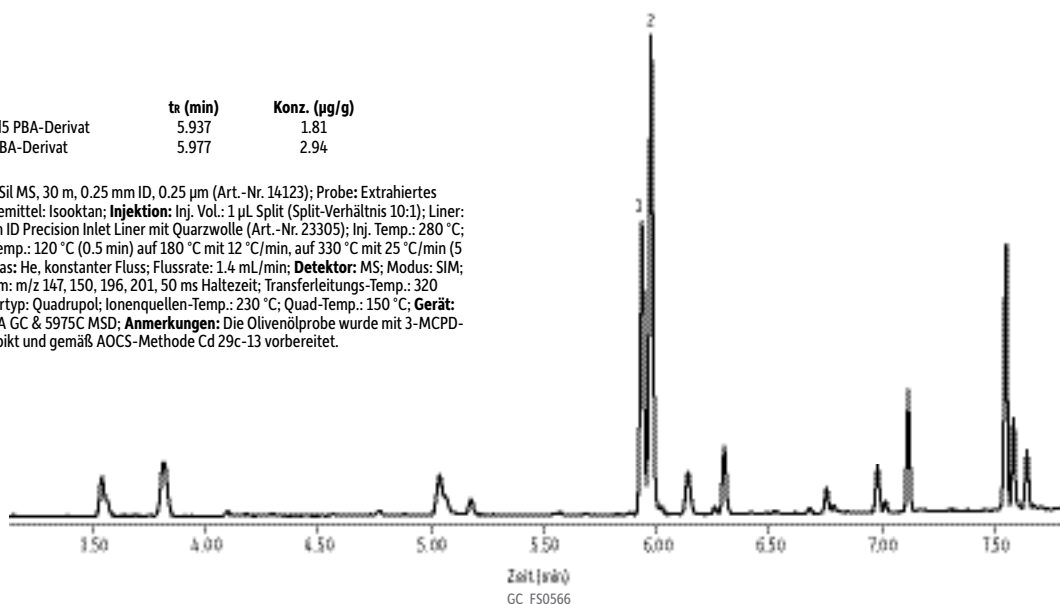
- Erfüllen Sie die Anforderungen der AOCS-Methode Cd 29c-13 mit optimierten GC-Bedingungen.
- Verwenden Sie Splitinjektion, um die Analysenzeit um 8 Minuten zu verringern und Schäden durch Derivatisierungsreagenzien zu reduzieren.
- Mehr Flexibilität: verwenden Sie entweder einen PTV oder einen Split/Splitlos-Injektor.

Fettsäureester von 3-Monochlor-1,2-propandiol (3-MCPD) und Glycidylester in Speiseölen sind bei der Fettraffination entstehende Schadstoffe. Bei Aufnahme über den Verdauungsweg wird aus diesen Verbindungen ungebundenes MCPD und Glycidol freigesetzt, die als potenziell karzinogen und/oder genotoxisch eingestuft werden. Die gängige Analytik umfasst eine indirekte Methode, bei der die Fettsäureester in der Probe hydrolysiert, derivatisiert und dann mittels GC/MS bestimmt werden. Dabei kommen üblicherweise Methoden wie AOCS Cd 29c-13 bzw. deren aus- oder inländische Äquivalente (ISO 18363-1 oder DGF C-VI 18 (10)) zum Einsatz. Bei der Probenvorbereitung wird freies Glycidol unter sauren Bedingungen zu 3-MCPD umgesetzt, das dann zusammen mit dem direkt gebildeten 3-MCPD analysiert wird. Die chromatografische Methode erfordert einen PTV-Injektor im Splitlos-Betrieb, was eine niedrige anfängliche Ofentemperatur (85 °C) und die Technik des sog. „Solvent Focusing“ bedingt, um schmale symmetrische Peaks zu erhalten, besonders bei früh eluierenden Verbindungen. Nach mehreren Temperaturgradienten beträgt die abschließende Analysenzeit 24,8 Minuten (wie in AOCS Cd 29c-13 publiziert).

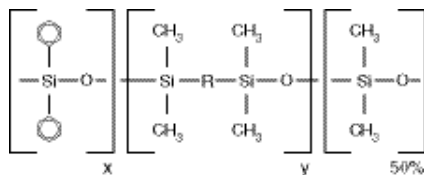
Um Laboratorien eine weniger zeitaufwendige Methode zur Bestimmung von 3-MCPD und Glycidylestern zur Verfügung zu stellen, haben wir die Probenaufgabe und das Temperaturprogramm der AOCS Methode optimiert. Zunächst sind wir zum Split-Betrieb übergegangen, weil sich dadurch die Menge des Derivatisierungsreagenzes, das ins System gelangt, verringern lässt. Das schont die Säule und das MS und kann die Wartungshäufigkeit und die Ersatzteilkosten reduzieren. Außerdem ist der Probenentransfer vom Injektor zur Säule im Split-Betrieb wesentlich schneller, so dass eine Lösemittelfokussierung weniger notwendig ist. Deshalb kann eine höhere anfängliche Ofentemperatur verwendet werden. So ergab eine Erhöhung der Starttemperatur auf 120 °C scharfe Peaks und selbst bei einem Split-Verhältnis von 10:1 ließen sich geeignete Nachweisgrenzen erzielen. Zudem konnte die Analysezeit durch Verdoppeln der ersten Temperaturrampe von 6 °C/min auf 12 °C/min ohne nachteilige Auswirkungen ebenfalls deutlich verkürzt werden. Durch eine höhere Endtemperatur des Ofens ließen sich Verunreinigungen mit höherem Molekulargewicht außerdem effektiver von der Säule entfernen. Mit der hier beschriebenen optimierten Methode ließen sich verglichen mit der veröffentlichten AOCS-Methode Cd 29c-13 acht (8) Minuten sparen. Die Methode lässt sich sowohl mit PTV als auch mit Split/Splitlos-Injektoren durchführen und bietet Laboratorien schnellere Analysen und mehr Flexibilität bei der Bestimmung von 3-MCPD und Glycidylestern in Speiseölen.

Peaks	tr (min)	Konz. (µg/g)
1. 3-MCPD-d5 PBA-Derivat	5.937	1.81
2. 3-MCPD PBA-Derivat	5.977	2.94

Säule: Rxi-17Sil MS, 30 m, 0.25 mm ID, 0.25 µm (Art.-Nr. 14123); **Probe:** Extrahiertes Olivenöl; **Lösemittel:** Isooktan; **Injektion:** Inj. Vol.: 1 µL Split (Split-Verhältnis 10:1); **Liner:** Topaz 4.0 mm ID Precision Inlet Liner mit Quarzwolle (Art.-Nr. 23305); **Inj. Temp.:** 280 °C; **Ofen:** Ofen Temp.: 120 °C (0.5 min) auf 180 °C mit 12 °C/min, auf 330 °C mit 25 °C/min (5 min); **Trägergas:** He, konstanter Fluss; **Flussrate:** 1.4 mL/min; **Detektor:** MS; **Modus:** SIM; **SIM Programm:** m/z 147, 150, 196, 201, 50 ms Haltezeit; **Transferleitungs-Temp.:** 320 °C; **Analysator:** Quadrupol; **Ionenquellen-Temp.:** 230 °C; **Quad-Temp.:** 150 °C; **Gerät:** Agilent 7890A GC & 5975C MSD; **Anmerkungen:** Die Olivenölprobe wurde mit 3-MCPD-d5-Ester gespickt und gemäß AOCS-Methode Cd 29c-13 vorbereitet.



Struktur von Rxi-17Sil MS



Vergleichbar mit: (50%-Phenyl)-methylpolysiloxan

Vergleichbare Phasen

DB-17ms, VF-17ms

Rxi-17Sil MS-Säulen (Fused Silica)

Quervernetzte Phase mittlerer Polarität

- Ausgezeichnete Inertheit und Selektivität für aktive umweltrelevante Verbindungen wie PAK.
- Geringes Säulenbluten ermöglicht die Verwendung mit empfindlichen Detektoren wie MS.
- Obere Temperaturgrenze 340/360 °C.
- Entspricht der USP Phasenbeschreibung G3.

ID	Filmdicke	Temperaturgrenze*	15 m Art.-Nr.	30 m Art.-Nr.	60 m Art.-Nr.
0.25 mm	0.25 µm	40 bis 340/360 °C	14120	14123	14126
0.32 mm	0.25 µm	40 bis 340/360 °C	14121	14124	—
ID	Filmdicke	Temperaturgrenze	10 m Art.-Nr.	20 m Art.-Nr.	
0.15 mm	0.15 µm	40 bis 340/360 °C	43820	43821	
0.18 mm	0.18 µm	40 bis 340/360 °C	—	14102	
	0.36 µm	40 bis 340/360 °C	—	14111	

*Die angegebenen Maximaltemperaturen gelten für kürzere Säulen. Längere Säulen haben möglicherweise andere Maximaltemperaturen.



Topaz 4.0 mm ID Precision Inlet Liner mit Quarzwolle für Agilent GCs mit Split/Splitlos-Injektoren

ID x AD x Länge	Vergleichbar mit Art.-Nr.	VE	Art.-Nr.
Precision, Premium-Deaktivierung, Borsilikatglas mit Quarzwolle 4.0 mm x 6.3 mm x 78.5 mm	Agilent 210-4004-5	5-er Pck.	23305

* 100% ZUFRIEDENHEITSGARANTIE: Sollte die Performance Ihres Topaz Inlet Liners aus irgendeinem Grund Ihren Erwartungen nicht entsprechen, erhalten Sie gleichwertigen Ersatz oder eine Gutschrift. Bitte kontaktieren Sie in diesem Fall Frau Elisabeth Hogk (Telefon 06172 2797-40, Email elisabeth.hogk@restekgmbh.de).

Haben Sie Fragen? Bitte kontaktieren Sie uns telefonisch unter 06172 2797-0 oder per Email an info.de@restek.com.

Restek Patente und Marken sind Eigentum der Restek Corporation. (Eine vollständige Liste finden Sie unter www.restek.com/Patents-Trademarks.) Andere Marken in der Literatur oder auf der Website von Restek sind Eigentum ihrer jeweiligen Inhaber. Eingetragene Marken von Restek sind in den USA und möglicherweise auch in anderen Ländern registriert.

© 2019 Restek Corporation. Alle Rechte vorbehalten.

Sie möchten keine weiteren Informationen von Restek erhalten? Bitte informieren Sie uns kurz. Telefon: 06172 2797-0, Email: info.de@restek.com.