

Applicazione: analisi del 3-MCPD e dei glicidil esteri con la colonna Rxi-17Sil MS

Analisi rapida in GC/MS del 3-MCPD e dei glicidil esteri negli oli alimentari

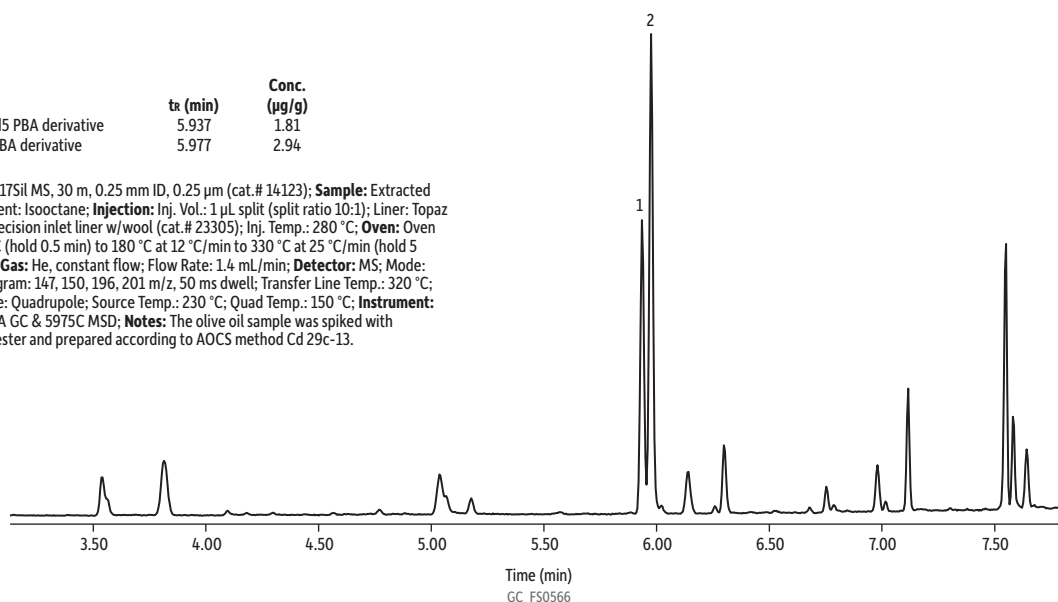
- Condizioni GC ottimizzate per soddisfare i requisiti del metodo AOCS Cd 29c-13.
- Iniezione in modalità split per ridurre di 8 minuti il tempo di analisi e diminuire i danni causati dai reagenti derivatizzanti.
- Maggiore flessibilità: si possono utilizzare iniettori PTV o split/splitless.

Durante i processi di raffinazione, gli oli alimentari sono soggetti alla formazione di contaminanti, tra cui gli esteri di acidi grassi di 3-monocloro-1,2-propandiolo (3-MCPD) e glicidil esteri che, se ingeriti, rilasciano nell'organismo MCPD e glicidolo libero, considerati potenzialmente cancerogeni e/o genotossici. L'approccio analitico più diffuso consiste in un metodo indiretto in cui gli esteri presenti nel campione vengono idrolizzati, ulteriormente derivatizzati e infine analizzati per GC/MS. Per questo genere di analisi è pratica corrente utilizzare metodi quali l'AOCS Cd 29c-13 o i suoi equivalenti a livello nazionale tedesco (DGF C-VI 18 (10)) o internazionale (ISO 18363-1). Nella fase di preparazione del campione, in ambiente acido, il glicidolo libero viene convertito in 3-MCPD e successivamente analizzato insieme al 3-MCPD di formazione diretta. Il metodo cromatografico impone l'utilizzo di un iniettore PTV azionato in modalità splitless, che richiede una temperatura iniziale del forno bassa (85°C) e l'impiego di solventi di focalizzazione che consentano di mantenere picchi di forma stretta e simmetrica, soprattutto per i composti a eluizione rapida. Dopo diversi gradienti di temperatura, il tempo finale di analisi, in conformità alla pubblicazione AOCS Cd 29c-13, è di 24,8 minuti.

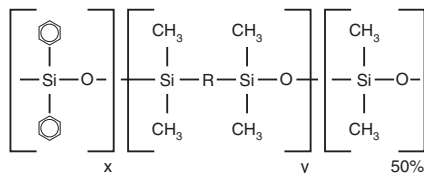
Per poter dotare i laboratori di un metodo di analisi del 3-MCPD e dei glicidil esteri meno gravoso in termini di tempo, abbiamo ottimizzato il sistema di introduzione dei campioni e la programmazione della temperatura ai sensi dell'AOCS Cd 29c-13. Abbiamo optato innanzitutto per l'iniezione split, che consente di ridurre la quantità di reagente derivatizzante introdotto nel sistema. Il procedimento risulta quindi meno aggressivo sulla colonna e sullo spettrometro di massa, riducendo così la frequenza di manutenzione e contenendo i costi per i ricambi. Inoltre l'iniezione split accelera notevolmente, rispetto alla splitless, il trasferimento del campione dall'iniettore alla colonna, per cui si potrà fare minore ricorso a solventi per la focalizzazione e si potrà impostare una temperatura iniziale del forno molto più alta: alzandola a 120°C si sono ottenuti picchi alti e stretti e sono stati raggiunti detection limits accettabili anche con un rapporto di split di 10:1. Una significativa accelerazione dei tempi di analisi, senza alcun effetto negativo, è stata riscontrata anche raddoppiando la velocità di rampa da 6 a 12°C/min. È stata innalzata anche la temperatura finale del forno, così da rimuovere efficacemente dalla colonna i contaminanti ad alto peso molecolare. Il metodo così ottimizzato ha permesso di risparmiare 8 minuti dal tempo di analisi documentato nella pubblicazione AOCS Cd 29c-13, confermando una buona prestazione nei test sia con iniettore PTV sia con quelli appositati di tipo split/splitless: si sono ottenute analisi più rapide e una maggiore flessibilità per i laboratori che si occupano del 3-MCPD e dei glicidil esteri negli oli alimentari.

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

Column: Rxi-17Sil MS, 30 m, 0.25 mm ID, 0.25 µm (cat.# 14123); **Sample:** Extracted olive oil; **Diluent:** Isooctane; **Injection:** Inj. Vol.: 1 µL split (split ratio 10:1); **Liner:** Topaz 4.0 mm ID Precision inlet liner w/wool (cat.# 23305); **Inj. Temp.:** 280 °C; **Oven:** Oven Temp.: 120 °C (hold 0.5 min) to 180 °C at 12 °C/min to 330 °C at 25 °C/min (hold 5 min); **Carrier Gas:** He, constant flow; **Flow Rate:** 1.4 mL/min; **Detector:** MS; **Mode:** SIM; **SIM Program:** 147, 150, 196, 201 m/z, 50 ms dwell; **Transfer Line Temp.:** 320 °C; **Analyzer Type:** Quadrupole; **Source Temp.:** 230 °C; **Quad Temp.:** 150 °C; **Instrument:** Agilent 7890A GC & 5975C MSD; **Notes:** The olive oil sample was spiked with 3-MCPD-d5 ester and prepared according to AOCS method Cd 29c-13.



Rxi-17Sil MS Structure



Simile a: (50% fenil) - metilpolisilossano

similar phases

DB-17ms, VF-17ms

Colonne Rxi-17Sil MS (silice fusa)

Fase a polarità media, Crossbond

- Inerzia e selettività ottime per composti ambientali attivi, come gli IPA.
- Bleeding ridotto per un utilizzo con rilevatori sensibili, come gli spettrometri di massa.
- Limiti massimi di temperatura 340/360°C
- Equivalente alla fase G3 USP.

ID	df	limiti temp.*	15 metri cat.#	30 metri cat.#	60 metri cat.#
0,25 mm	0,25 µm	da 40 a 340/360°C	14120	14123	14126
0,32 mm	0,25 µm	da 40 a 340/360°C	14121	14124	—
ID	df	limiti temp.	10 metri cat.#	20 metri cat.#	
0,15 mm	0,15 µm	da 40 a 340/360°C	43820	43821	
0,18 mm	0,18 µm	da 40 a 340/360°C	—	14102	
	0,36 µm	da 40 a 340/360°C	—	14111	

*Le temperature massime indicate si intendono per colonne di lunghezza minore. La temperatura massima per colonne più lunghe potrebbe differire.



Topaz Precision Liner da 4,0 mm ID con lana

Per GC Agilent con iniettori split/splitless

ID x OD x Lunghezza	Simile a Part #	q.tà	cat.#
Precision Liner in Vetro Borosilicato con Lana di Quarzo, Deattivazione Premium 4,0 mm x 6,3 mm x 78,5 mm	Agilent 210-4004-5	5 pz.	23305

* 100% SODDISFAZIONE GARANTITA: Se il vostro Topaz liner non fornisce le prestazioni attese per qualsiasi motivo, è sufficiente che contattiate l'assistenza tecnica Restek e forniate un cromatogramma campione che dimostri il problema. Se i nostri esperti GC non dovessero riuscire a risolvere rapidamente il problema, vi sarà riaccreditata la spesa o fornito un prodotto sostitutivo (stesso cat.#) unitamente alle istruzioni per restituire il prodotto non utilizzato ancora nella sua confezione integra. (Non verranno accettati resi merce non autorizzati.) Per ulteriori dettagli sulla politica di reso di Restek, visitate www.restek.com/it/Contattaci/Resi-Garanzia