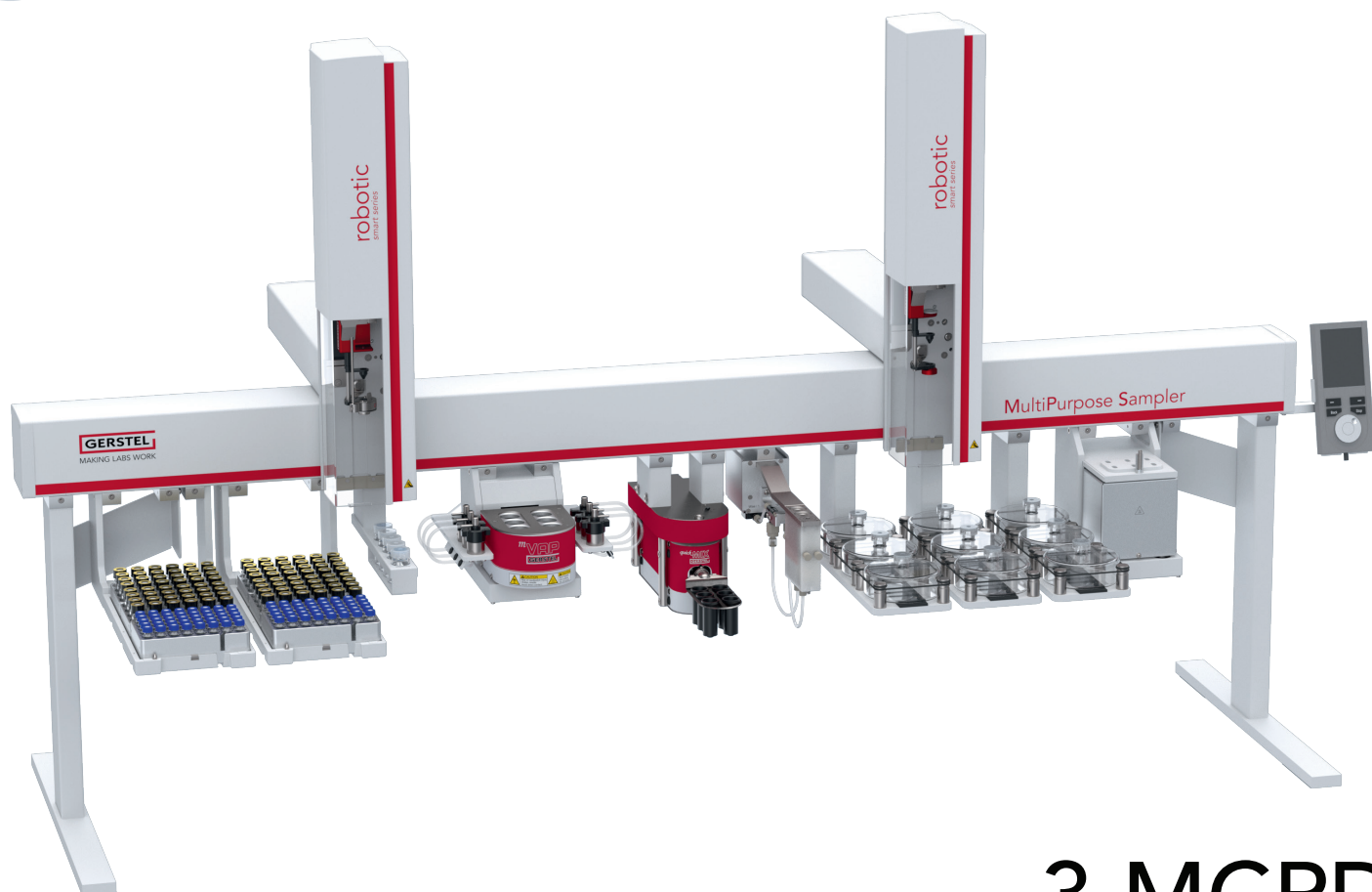


GERSTEL

MAKING LABS WORK



3-MCPD SamplePrepSolution

Effiziente Probenvorbereitung zur Bestimmung von
3-MCPD, 2-MCPD, Glycidol in Fetten und Speiseölen

Automatisierung der Standard-Methoden:

DGF C-VI 18 (10) / ISO 18363-1:2015 / AOCS Cd 29c-13

ISO 18363-4:2021 (Zwagerman - Overman)

ISO 18363-3:2017 / AOCS Cd 29a-13

Automatisierte 3-MCPD-Analyse

Von der Probenvorbereitung bis zum GC-MS-Bericht

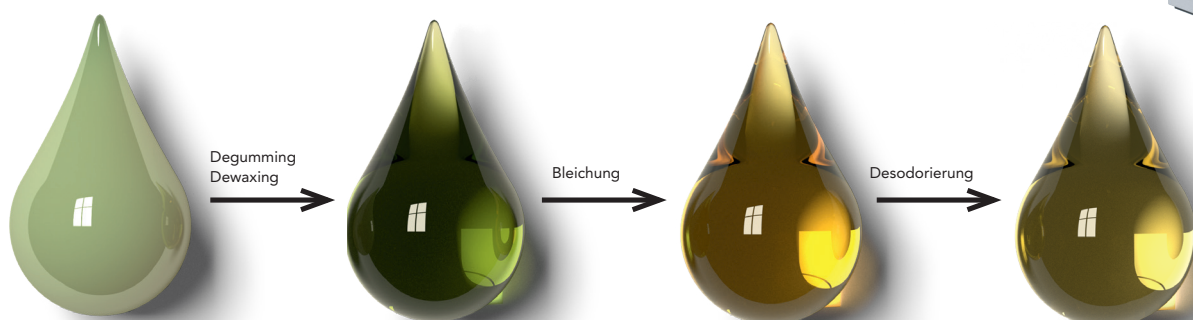
3-Monochlorpropandiol (3-MCPD)-Ester und Glycidylester (GE) entstehen als Nebenprodukte bei der Raffinierung von Speiseölen. Im menschlichen Körper reagieren sie und bilden die bekannten Giftstoffe 3-Monochlorpropandiol (3-MCPD) und Glycidol. Die Europäische Union hat strenge Vorschriften erlassen, mit maximal zulässigen Konzentrationen dieser Verbindungen in Lebensmitteln. In der Ölmatrix liegen die Verbindungen teilweise in ihrer Esterform vor. Die Analyse erfordert daher eine Umesterung und Derivatisierung.

Automatisierte Analysensysteme für diese Standard-Methoden:

- Die GERSTEL 3-MCPD SamplePrepSolution ermöglicht die automatisierte Bestimmung von 3-MCPD, Glycidol und 2-MCPD nach ISO 18363-1, AOCS Cd 29c-13 und DGF C-VI 18 (10), die aufgrund der indirekten Bestimmung von Glycidol als "Differenzmethoden" bezeichnet werden. Diese sind die weltweit am häufigsten verwendeten Methoden, die praktisch identisch sind. (GERSTEL AppNote 191)
- Die Zwagerman-Methode (DIN EN ISO 18363-4:2021-11) ermöglicht die Bestimmung von 3-MCPD, Glycidol und 2-MCPD in einem GC/MS-Lauf. Die derivatisierten Analyten werden alle direkt bestimmt. Ein Eindampfschritt ist nicht erforderlich. (GERSTEL AppNote 239)
- Methode ISO 18363-3, AOCS Cd 29a-13, bekannt als "Unilever"-Methode, die eine Reaktionszeit von 16 Stunden bei 40 °C erfordert (GERSTEL AppNote 217)

GERSTEL-MPS-Konfigurationen sind als vom Analysesystem unabhängige Workstation oder als vollständig automatisiertes Analysesystem erhältlich, das auch die Zuführung des aufbereiteten Extrakts zum GC-MS(/MS) übernimmt. Backflush wird eingesetzt, um die Analysezeit für den best-möglichen Probendurchsatz zu verkürzen, und um überschüssiges Derivatisierungsreagenz aus dem GC-MS-System für optimale Langzeitstabilität zu entfernen.

Um Speiseöle verzehrfähig und haltbar zu machen, ist in vielen Fällen eine Raffination notwendig. Im Rahmen der dazu durchgeführten Schritte können sich 3-MCPD-, 2-MCPD- und Glycidol-Fettsäureester bilden. Durch Anpassung der Bedingungen lässt sich häufig eine verminderte Bildung der Kontaminanten erzielen.



SamplePrepSolution DGF C-VI 18 (10) / ISO 18363-1 / AOCS Cd 29c-13

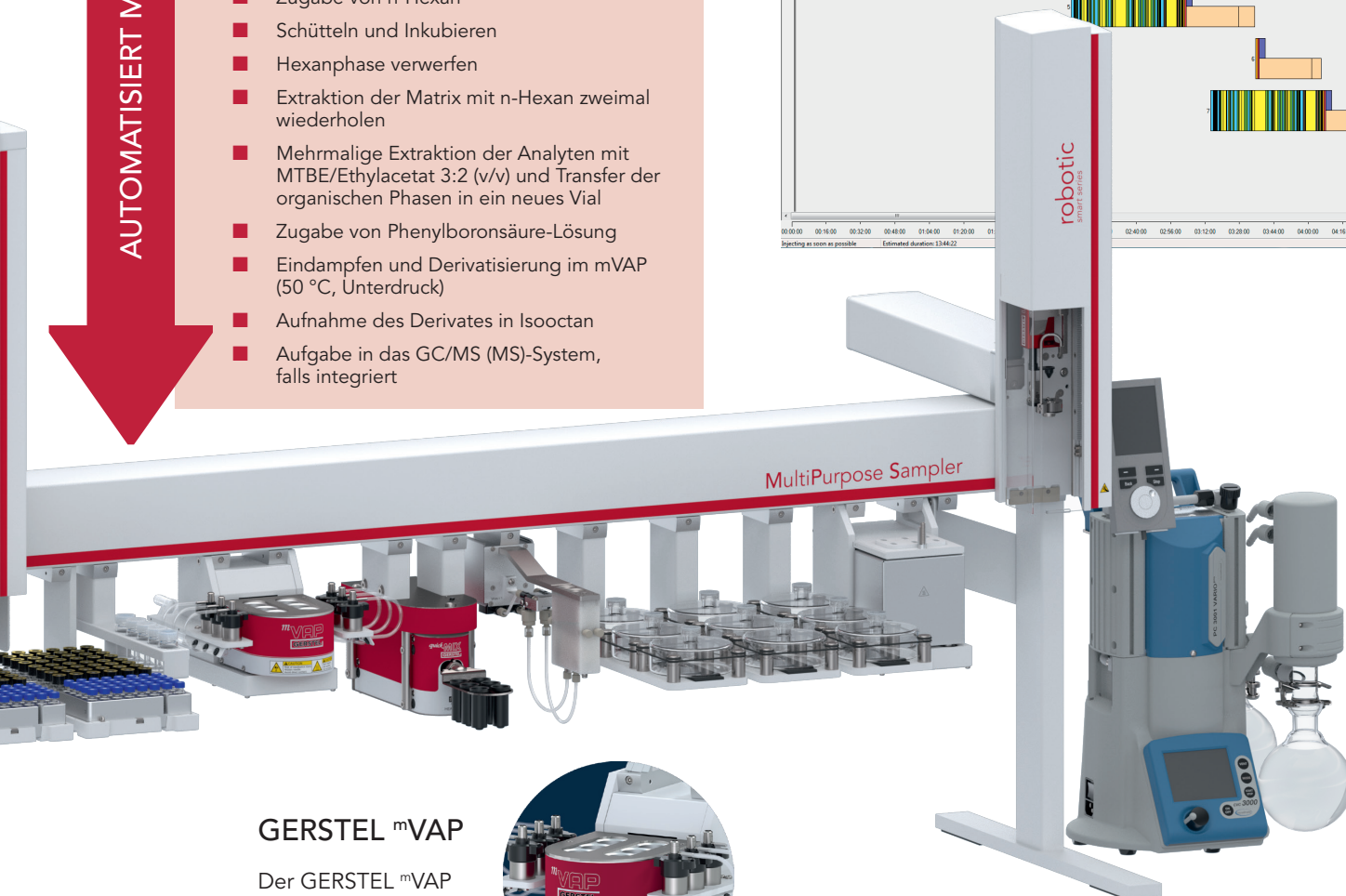
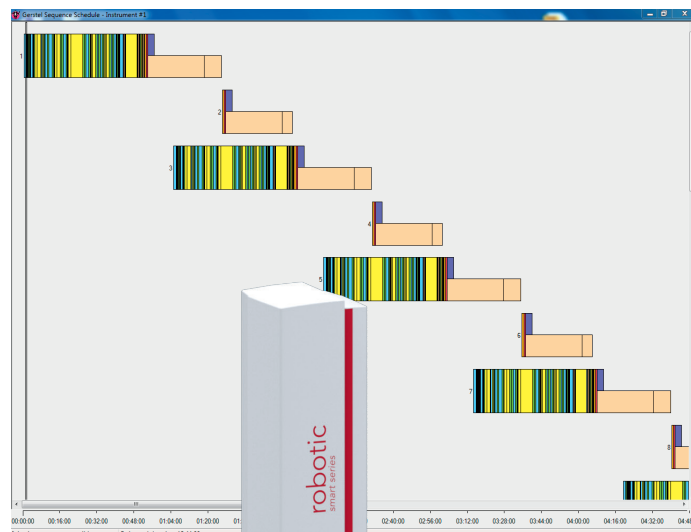
MANUELL

- 100 mg Probe in ein Vial einwiegen
- zweites Vial mit Natriumsulfat als Trockenmittel befüllen (Trockenvial) - optional

AUTOMATISIERT MIT DEM MPS

- Zugabe von MTBE zur Probe
- Zugabe von ISTD-Lösung und Mischen bzw. Aufschmelzen bei festen Proben
- Zugabe von MeOH/NaOH-Lösung
- Schütteln und Inkubieren
- Zugabe von NaCl-Lösung (Ansatz A) bzw. NaBr-Lösung (Ansatz B)
- Zugabe von n-Hexan
- Schütteln und Inkubieren
- Hexanphase verwerfen
- Extraktion der Matrix mit n-Hexan zweimal wiederholen
- Mehrmalige Extraktion der Analyten mit MTBE/Ethylacetat 3:2 (v/v) und Transfer der organischen Phasen in ein neues Vial
- Zugabe von Phenylboronsäure-Lösung
- Eindampfen und Derivatisierung im mVAP (50 °C, Unterdruck)
- Aufnahme des Derivates in Isooctan
- Aufgabe in das GC/MS (MS)-System, falls integriert

Darstellung der manuell erforderlichen und der vom GERSTEL-MultiPurpose-Sampler (MPS) automatisiert umgesetzten Schritte der DGF-Einheitmethode C-VI 18 (10) zur Bestimmung von 2-MCPD und 3-MCPD. Am Ende der oben beschriebenen Prozedur erfolgt – je nach Gerätekonfiguration – die Aufgabe der Probe in das GC/MS-System.



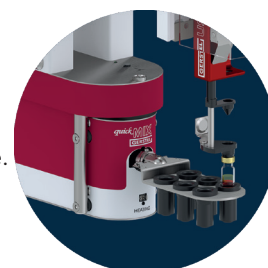
GERSTEL ^mVAP

Der GERSTEL ^mVAP verdampft Lösungsmittel und überschüssiges Derivatisierungsreagenz aus bis zu 6 Proben in einem Batch unter kontrolliertem Vakuum, Temperatur und Schütteln für niedrigere Bestimmungsgrenzen. Die Entfernung des restlichen Derivatisierungsreagenzes durch Rückspülen der GC-Säule verbessert die Stabilität des GC-MS/(MS)-Systems und verkürzt die Analysezeit.



GERSTEL quickMIX

GERSTEL QuickMIX ist ein äußerst effizientes Mischsystem für die Extraktion von bis zu 6 Proben in einer Charge. Die Mischleistung ist mit der von Vortex-Mischern vergleichbar.



Für die **Methode ISO 18363-4:2021 (Zwagerman - Overman)** bietet GERSTEL AppNote 239 einen detaillierten Überblick über die Leistung des automatisierten Analysesystems. Zwei interne Standards kompensieren selbst geringfügige Abweichungen in chemischen Reaktionen und in der Probenvorbereitung. Einige Systemdetails:

- Mittels eines Triple-Quadrupol GC-MS/MS werden Analyten im MRM-Modus bestimmt
- Die Methode einschließlich aller Probenvorbereitungsschritte wird von ein GERSTEL MPS-GC-MS/MS-System in einen vollautomatisierten Arbeitsablauf durchgeführt
- Das quickMIX-Modul sorgt während der Extraktion für ein hoch-effizientes Mischen
- Ein gekühltes Vial-Tray sichert die genaue Temperaturkontrolle während der Umesterung
- Eine Fast-Wash-Station eliminiert Probenverschleppung und hält das Injektionssystem sauber
- Ein Backflush-System verhindert, dass Matrixrückstände und Reagenz die analytische Säule und das MS/MS-System erreichen, und sichert damit eine langfristige Systemstabilität
- Der einzige verbleibende manuelle Schritt ist das Einwiegen der Probe

Ringversuchsproben wurden erfolgreich analysiert, welches die hohe Qualität der automatisierten Probenvorbereitung, der Methode und des Analysesystems beweist. RSDs lagen zwischen 0,1 und 10 % für alle Analyten in verschiedenen Matrizen, mit nur wenigen Werten über 5 %. Die geforderte Bestimmungsgrenze von 0,1 mg/kg wurde erreicht, niedrigere LOQs sind unter Einsatz des Eindampfmoduls (mVAP) möglich. Die GC-MS/MS-Chromatogramme sind leicht zu interpretieren, Interferenzen sind weitestgehend eliminiert. Die Automatisierung ermöglicht einen 24/7-Betrieb und dringende Proben können in die laufende Sequenz eingefügt werden.

Für die **Methode AOCS Cd 29a-13 / DIN EN ISO 18363-3:2017** bietet AppNote 217 eine detaillierte Übersicht. Der Hauptunterschied zur Differenzmethode ist die 16-stündige Probenvorbereitung. Pro Probe ist nur ein Analysenlauf erforderlich, Analyten werden in mehreren Schritten freigesetzt und per GC-MS bestimmt. Die automatisierte Probenvorbereitung vereinfacht die Analyse erheblich, und überschüssiges Derivatisierungsreagenz wird für langfristige GC-MS-Stabilität und zur Steigerung der Genauigkeit entfernt. Je nach Ölsorte ermöglicht ein Eindampfschritt es, sogar mit GC-MSD-Systemen die erforderlichen Nachweisgrenzen zu erreichen.



MAKING LABS WORK

GERSTEL GmbH & Co. KG
Eberhard-Gerstel-Platz 1
45473 Mülheim an der Ruhr
Germany
www.gerstel.com

