

La piattaforma per determinazione di MOSH/MOAH e preparativa 2/3MCPD & GE in matrice olii vegetali presenta le seguenti caratteristiche di unicità:

1. Unico sistema di agitazione del campione di tipo basculante ad alta efficienza di oscillazione ($\geq 3.500\text{Hz}$) per le fasi di estrazione liquido/liquido il quale, a differenza di altre tecnologie quali, agitatori oscillanti, ultrasuoni, vortex o similari, garantisce la migliore efficacia estrattiva in relazione ai requisiti dei metodi ufficiali grazie all'elevata frequenza di oscillazione completamente controllabile e programmabile via software di gestione del sistema;
2. capacità di essere integrato con dispositivo di evaporazione a secchezza multi-posizione, indispensabile per la preparativa automatica del campione in accordo ai metodi AOCS Cd 29a_13 – AOCS Cd 29b_13 - AOCS Cd 29c_13;
3. possibilità di implementare e/o ridisegnare in futuro il sistema robotico MPS Robotic Smart con possibili integrazioni di tecnologie preparative quali:
 - a. Solid Phase Extraction (SPE)
 - b. Disposable Pipette eXtracion (DPX)
 - c. Termodesorbimento
 - d. Dynamic Head Space (DHS) con trappola dedicata per ogni singolo campione al fine di abbattere ogni possibile effetto memoria dell'estrazione quali, ad esempio, Aromi e Fragranze da prodotti naturali e/o alimentari.
 - e. Tecnica di Pirolisi PYRO, con rifocalizzazione del pirolizzato e successiva analisi in tecnica GCMS per ricerca di Microplastiche.

Inoltre, perché tutte presenti nel medesimo sistema, si elencano ulteriori caratteristiche fondamentali per l'applicazione a cui la soluzione è destinata:

- Limite di quantificazione (LoQ) pari a 2 ppm per entrambi le frazioni (MOSH e MOAH), per la maggior parte delle matrici senza procedura di saponificazione;
- possibilità di migliorare il limite di quantificazione di cui sopra fino a 0.5 ppm, tramite processo automatico di saponificazione;
- opzioni di saponificazione e cleanup (AIOX/Epox) automatizzate;
- controllo dell'intero sistema tramite unico software di gestione: piattaforma robotica, HPLC e GC ed ogni altro dispositivo dedicato alla preparativa, vengono controllati dal medesimo software in unica sessione di lavoro;
- software dedicato alla elaborazione del dato analitico, progettato e realizzato per la specifica analisi MOSH/MOAH. Sviluppato e distribuito dalla stessa azienda produttrice della piattaforma robotica, consente di automatizzare e standardizzare l'integrazione dei particolari cromatogrammi relativi all'applicazione MOSH/MOAH. Nello specifico, è possibile definire i criteri di eliminazione dei picchi sovrastanti le gobbe, di sottrazione del fondo e di attribuzione degli outliers (rapporti d'area degli standard interni, scostamento dei RT, risposte target ecc.), garantendo in tal modo la migliore standardizzazione della quantificazione.
- Gestione di tutte le parti pneumatiche del sistema e relative linee gas esclusivamente a carico del GC Agilent serie 8890 senza ulteriori box esterni a controllo specifico. La gestione del trasferimento LC→GC delle fasi di interesse, il controllo del flusso del carrier nelle colonne GC così come la gestione pneumatica dei detectors restano a carico unico del gascromatografo secondo le specifiche originali di fabbrica;
- trasferimento diretto delle frazioni dopo separazione HPLC al GC con iniezione automatica delle stesse all'interno delle porte di iniezione dedicate alle due frazioni MOSH e MOAH;
- salvataggio in file unico dei cromatogrammi di entrambi i rivelatori FID oltre a quelli del rivelatore UV, al fine di consentire una migliore tracciabilità e gestione integrata del dato analitico;

- sistema di evacuazione degli eluati HPLC, ventilati dal dispositivo di trasferimento automatico, gestito da una apposita valvola dedicata e controllata dal sistema di gestione e controllo centrale di tutta la piattaforma;
- convertibilità di entrambe le porte di trasferimento delle frazioni a iniettori cool-on-column, con conseguente possibilità di iniettare in automatico tramite il campionatore MPS Robotic Smart. L'operazione di conversione, semplice e veloce, è eseguibile in piena autonomia dall'operatore;
- possibilità di implementare, da subito o con successivo upgrade, le preparative robotiche richieste dai metodi AOCS Cd 29a_13 - AOCS Cd 29b_13 - AOCS Cd 29c_13 - AOCS Cd 29d_13 per la determinazione di 2/3MCPD & GE;
- possibilità di implementare successivamente nel sistema un modulo di evaporazione automatica con gestione integralmente a carico del campionatore MPS Robotic Smart in equipaggiamento allo stesso. Tale dispositivo di evaporazione, consente di operare su vial da 2, 4, e 10 ml nonché ricondensare i vapori in apposito modulo.
- Possibilità di implementare successivamente il sistema, con modulo di pesata automatica dell'aliquota iniziale del campione con completa gestione integrata al campionatore.



PAG
2.8

La piattaforma robotica per la preparativa e determinazione analitica di MOSH/MOAH completamente automatizzati, consente un'efficace determinazione dei residui di olio minerale negli estratti di alimenti, prodotti per la cura del corpo e packaging in soli 30 minuti. L'intuitivo software integrato consente l'elaborazione dei dati in modo semplice ed efficiente sia per singoli campioni che in modalità di elaborazione batch, incluso il reporting dei dati definito dall'utente.

La piattaforma robotica si basa sulla combinazione online di un sistema HPLC con un sistema GC-FID. Il campionatore multifunzione automatizza la preparazione e l'introduzione dei campioni.

Nella fase LC iniziale, il residuo di olio minerale viene separato in due frazioni: idrocarburi saturi di olio minerale (MOSH) e idrocarburi aromatici di olio minerale (MOAH). Le due frazioni vengono trasferite in due colonne GC separate. Il sistema GC / FID a doppio canale consente la determinazione simultanea delle frazioni MOSH e MOAH.

La soluzione soddisfa i requisiti della norma DIN EN 16995: 2017-08. I cromatogrammi LC e GC vengono visualizzati in tempo reale per facilitare lo sviluppo del metodo o per ottimizzare i tempi di commutazione per le frazioni MOSH e MOAH.

La piattaforma robotica per la preparativa e determinazione analitica di MOSH/MOAH è modulare ed espandibile ad ulteriori processi di preparazione automatica del campione, tra i più utilizzati:

- Epossidazione – per rimuovere le olefine naturali interferenti
- Cleanup ALOX – per rimuovere le n-paraffine a catena lunga.
- La piattaforma consente di ottenere risultati rapidi e affidabili grazie a un'automazione efficiente e a un software intuitivo
- Determinazione di MOSH e MOAH in soli 30 minuti
- Elaborazione e reportistica dei dati efficienti grazie al software dedicato.

L'analisi di alimenti, packaging e prodotti di consumo per i residui di idrocarburi di olio minerale (MOSH / MOAH) produce cromatogrammi complessi che devono essere elaborati con metodi standardizzati. Il software utilizza algoritmi dedicati sviluppati appositamente per rilevare gobbe e picchi e per garantire un'elaborazione efficiente dei dati oltre che risultati e report accurati.

Le correzioni e integrazioni manuali sono facilmente eseguibili in qualsiasi momento.

I risultati sono visualizzati in uno dei numerosi formati di report standard che possono essere facilmente personalizzati per soddisfare le più diverse esigenze. I dati possono essere esportati in vari formati per ulteriori elaborazioni.



PAG
3.8

Sample Prep Solution MOSH/MOAH

MOSH/MOAH Sample Prep Solution performs fully automated sample preparation and sample introduction for efficient determination of mineral oil residues in extracts of food, feed, body care products and packaging. The system is based on an online-coupled HPLC-GC/FID system using for automated sample preparation and introduction.

In the initial LC step, mineral oil residue is separated into two fractions: Mineral oil saturated hydrocarbons (MOSH) and mineral oil aromatic hydrocarbons (MOAH). These fractions are subsequently transferred to two separate GC columns for individual analysis in a combined dual channel GC system.

1 Online HPLC-GC/FID system

The MOSH/MOAH Sample Prep Solution is based on an HPLC system coupled directly to a dual channel GC/FID system. The configuration shown here includes optional hardware for the Epoxidation and AlOx cleanup steps.

2 MultiPurpose Sampler (MPS)

The MPS is used for sample preparation and -introduction and can also perform fraction collection.

The solution meets the requirements of the DIN EN 16995:2017-08 Standard. The dual channel GC separation with FID detection enables a complete MOSH/MOAH analysis in only 30 minutes.

LC- and GC chromatograms are displayed in real time to facilitate method development or method optimization, for example, adjusting switching times for MOSH and MOAH fraction collection.

No additional control box is required to set up and control method parameters such as carrier gas pressure or flow.



The combined software controls all method parameters for sample preparation, HPLC and GC. The entire workflow is conveniently and efficiently processed under one integrated user interface and sequence table.

The MOSH/MOAH Sample Prep Solution can be extended to perform additional widely used sample preparation steps depending on your requirements:

- Epoxidation to remove interfering naturally occurring olefins
- ALOX Clean-up to retain and remove long chain n-alkanes of plant origin

3 Fractionation by HPLC

The MOSH and MOAH fractions are separated on an HPLC column, which retains triglycerides. During the ensuing GC run, the HPLC column is back-flushed to remove the triglycerides. When the GC is ready, the HPLC column is clean and ready for the next sample.



MOSH/MOAH Sample Prep Solution delivers

Fast answers and reliable results based on efficient automation and intuitively operated software.

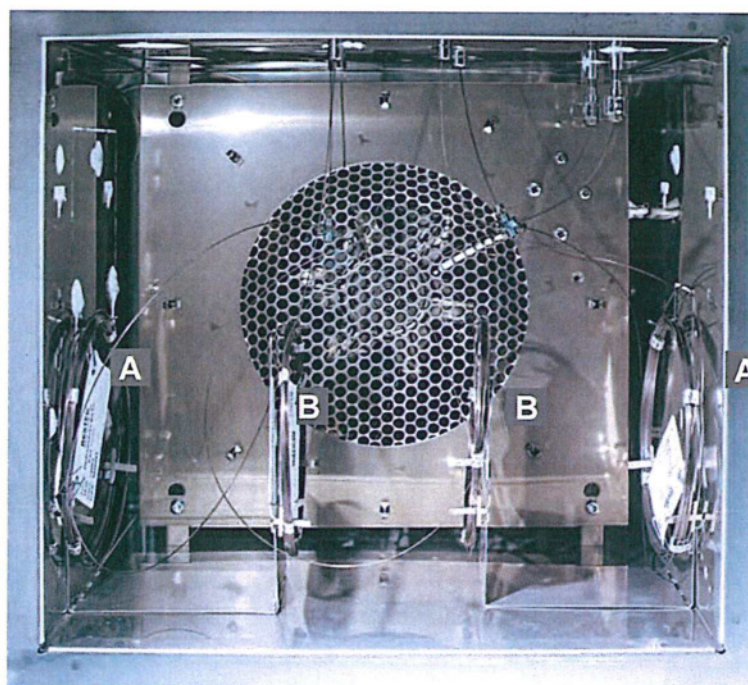
- Determination of MOSH and MOAH in 30 minutes
- Efficient processing and reporting of MOSH/MOAH data, including data generated with other analysis systems.
- Specially developed algorithms for hump- and peak detection ensure fast and efficient data processing and correct results
- Manual method adjustments and reintegration are easily performed at any time.

Simple and efficient operation

- Method modification by mouse-click
- Unique transverse mounting of GC columns enables easy access and simplified maintenance
- Integrated user interface for the complete system

Flexible adaptation to individual requirements

- Modular addition of Sample Preparation steps, such as, for example, automated epoxidation or ALOX clean-up
- Easy customization of report formats



GC oven

Perfectly organized: In the GC oven, the retention gaps (A) and GC columns (B) are transverse mounted and positioned for easy access.



PAG
6.8

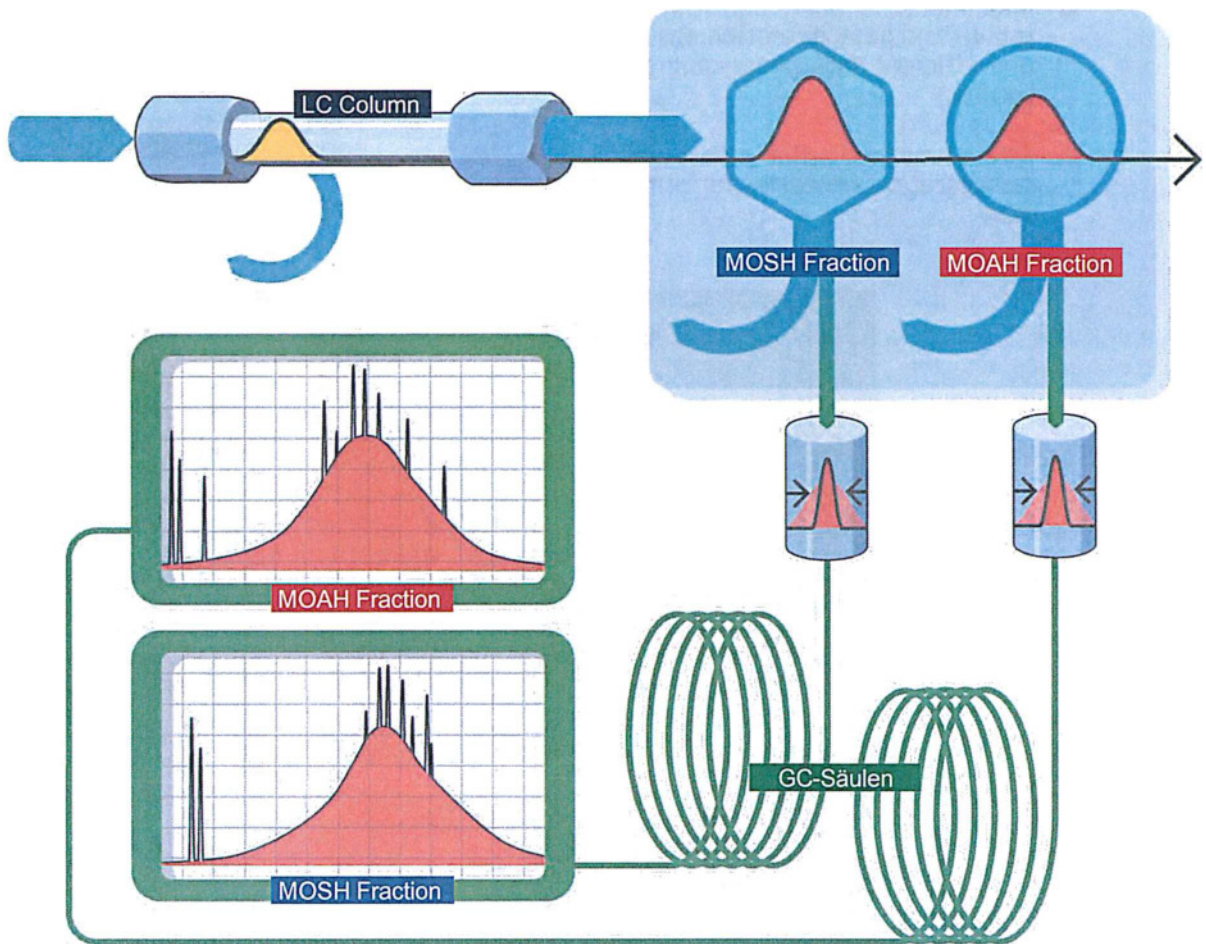
Analysis details

The MOSH and MOAH fractions are separated by HPLC and individually transferred to their designated GC channel. The HPLC separation is performed using a normal phase silica gel column and n-hexane/dichloromethane mobile phase.

The individual 450 µL fractions are transferred to their respective GC channels while triglycerides are retained on the HPLC column.

During the GC run, the HPLC column is back-flushed and cleaned. This ensures that correct results can be obtained for the following sample while safeguarding reliable system operation.

In the Early Vapor Exit, excess HPLC eluent is removed before the MOSH and MOAH fractions are transferred to their respective GC separation columns.



PAE
7.8

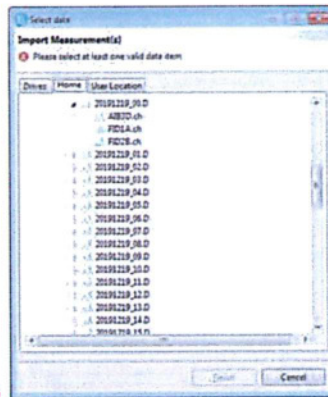
MOSH/MOAH analysis results in 4 easy steps

The MOSH/MOAH Data Processing Software uses dedicated algorithms developed specifically for hump- and peak detection

to ensure efficient data processing as well as accurate results and reporting. Manual adjustments and batch reintegration are easily performed at any time.

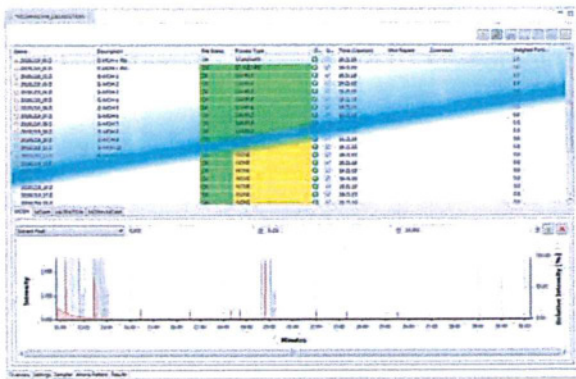
Data import 1

Batch processing of a large number of chromatograms using standardized conditions ensures high throughput



2 Automated sample type recognition

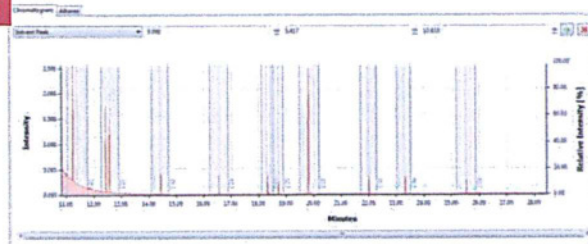
Chromatogram file information helps determine whether files represent samples or standards and is used for sample description



3

Visual inspection of integration intervals

Predefined integration intervals for standard alkanes are clearly displayed and can be adjusted as required, enabling fast visual inspection and reliable identification of standard peaks



4 Integration interval selection

Integration windows for MOSH and MOAH and for standards are selected by mouse-click

Name	MOSH	MOAH	Start (Minutes)	Center (Minutes)	Stop (Minutes)
△ C11	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	11.209	11.422	11.634
△ C13	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	12.396	12.614	12.832
△ C15	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	14.407	14.515	14.625
△ C17	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	16.529	16.579	16.628
△ C19	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	18.290	18.332	18.373
△ C21	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	19.687	19.729	19.772
△ C23	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	19.759	19.847	19.935
△ C25	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	21.909	22.059	22.218
△ C27	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	23.303	23.392	23.481
△ C29	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	25.491	25.590	25.629

