

CHRONECT Workstation Sterine



Produktinformation

CHRONECT Workstation Sterine

Produktinformation

Sterinanalytik

Die Bestimmung von Sterinen fällt im Rahmen der Qualitätskontrolle von Ölen an. Wesentlicher Parameter für die Reinheit und Qualität von Ölen ist die Zusammensetzung der enthaltenen Sterine. Das gängige analytische Verfahren zur Bestimmung des Gesamtsteringehaltes sowie der prozentualen Verteilung unterschiedlicher Sterine in Fetten und Ölen ist zeitaufwändig und bedarf zahlreicher manueller Probenvorbereitungsschritte. Nach dem in der ISO 12228 beschriebenen Verfahren wird die Probe zunächst verseift, anschließend erfolgt eine Aufreinigung über Festphasenextraktion. Nach Neutralisation und Einengung werden die enthaltenen Analyten mit Hilfe einer präparativen Dünnschichtchromatographie weiter aufgereinigt. Danach ist eine manuelle Entfernung der Fraktion von der DC-Platte notwendig. Die so manuell gewonnene Fraktion wird nach einer Derivatisierung mittels GC-FID chromatographisch analysiert. Zeitaufwand und Fehleranfälligkeit dieser Methode sind aufgrund der vielen manuellen Schritte sehr hoch.

Das hier beschriebene Verfahren zur Bestimmung von Sterinen in Ölen basiert auf der eingeführten LC-GC-Technologie von Axel Semrau, die bereits für die Analytik von MOSH/MOAH in Lebensmitteln und Verpackungen in vielen Laboratorien im Routineeinsatz ist. Probenverseifung sowie weitere Vorbereitungen werden mit einem CHRONECT Robotic Autosampler vollständig automatisch durchgeführt. Dabei dient eine Spritze zum Dosieren der für die Verseifung notwendigen Reagenzien. Eine weitere kleinere Spritze führt die Injektion in die HPLC durch. Nur durch das Konzept des CHRONECT Robotic mit mehreren unterschiedlichen Spritzen ist eine vollständige Automatisierung möglich. Die anschließende Aufreinigung erfolgt mittels HPLC. Die 690 µL umfassende HPLC-

Fraktion, die die Sterine enthält, wird gezielt direkt in das gaschromatographische System transferiert und mittels FID detektiert. Sämtliche Störkomponenten, die sonst mittels Dünnschichtchromatographie abgetrennt werden, können über die LC elegant entfernt und von der GC ferngehalten werden.

Manuelle Eingriffe, wie z.B. Aufkonzentrierungen sind nicht notwendig, wodurch potentielle Kontaminationspunkte entfallen. Der einzige manuelle Arbeitsschritt besteht darin, die Proben einzuwiegen und in den Autosampler zu überführen. Nach etwa zwei Stunden liegt das abschließende Ergebnis vor.

Anhand des Vergleichs zahlreicher Proben mit bekanntem Steringehalt und bekannter Verteilung, wurde in Kundenlaboratorien verifiziert, dass das vorgestellte Verfahren präzise ist und reproduzierbare Ergebnisse hervorbringt. Die analytischen Kenngrößen des Verfahrens sind denen der ISO-Methode in allen Punkten ebenbürtig oder überlegen.

Die gesamte Steuerung des Systems erfolgt äußerst benutzerfreundlich durch die Software CHRONOS. So werden auch komplexe Verfahren einfach in der Anwendung. Die LC-GC-Lösungen von Axel Semrau werden im Applikationslabor vorinstalliert, getestet und direkt einsatzfertig beim Anwender installiert. Durch diese Factory und Site Acceptance Tests ist die schnellstmögliche Aufnahme des routinemäßigen Messbetriebs sichergestellt.

CHRONECT Workstation Sterine

Produktinformation

Vorteile der CHRONECT Workstation Sterine

- hoher Probendurchsatz
- hoher Automatisierungsgrad
- geringe Kontaminationsgefahr
- exzellente Reproduzierbarkeit
- bestmögliche Empfindlichkeit
- ausbaufähig auf weitere Applikationen z.B. Bestimmung von Mineralölen, Bestimmung von Alkylestern oder Stigmastadien
- Investitionssicherheit
- kurze Einarbeitungszeit durch Installation der fertigen Methode und Schulung
- qualifizierter Support

Systemkomponenten

- Agilent 1260 Infinity II HPLC-Pumpe mit UV-Detektor und Entgaser (alternativ Shimadzu LC-40)
- CHRONECT Robotic RTC zur automatischen Verseifung und Aufreinigung
- Agilent 8890 GC mit FID (alternativ Shimadzu GC-2030)
- CHRONECT LC-GC-Interface zur Kopplung der HPLC mit dem GC

- Datensystem mit Steuer- und Auswertesoftware
- Zubehör und Verbrauchsteile

Die folgenden Abbildungen zeigen einige Beispielchromatogramme. Die LC-GC-Kopplung liefert zeitgleich zwei Chromatogramme:

- Signal des UV-Detektors aus der HPLC
- FID-Signal der Sterine

Es ist zu erkennen, dass mit diesem Verfahren eine Trennung von Δ 5- und Δ 7-Sterinen erfolgt, die mit der manuellen Methode nur schwer möglich ist. Nach der Analyse wird die HPLC-Säule zurückgespült und rekonditioniert. Dies geschieht parallel zum GC-Lauf und sichert höchsten Probendurchsatz und stabile Anfangsbedingungen.

Diese Verunreinigung lässt sich ganz leicht anhand der Sterinverteilung erkennen. Sehr deutlich ist zu sehen, dass die Anteile von Brassicasterin und Campesterin im verschnittenen Öl (rot) erheblich höher sind als in reinem Olivenöl (blau) (s. Abb. 4).

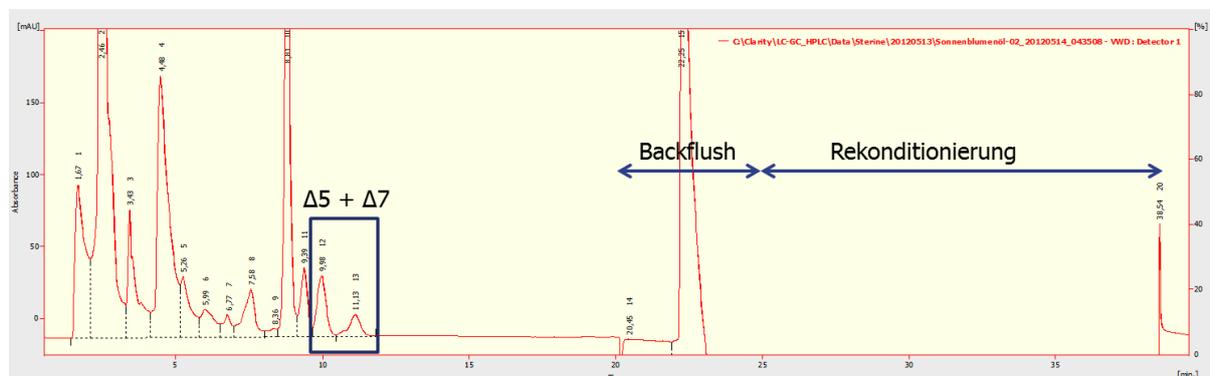


Abbildung 1: HPLC-Chromatogramm.

CHRONECT Workstation Sterine

Produktinformation

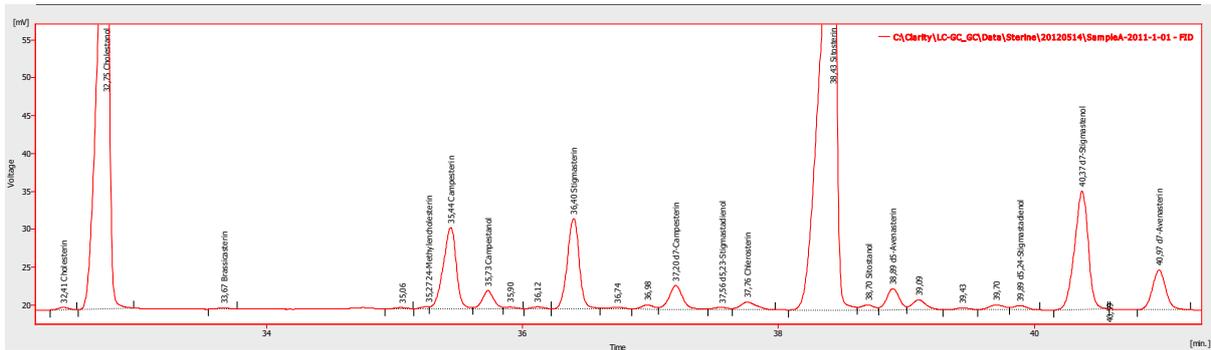


Abbildung 2: GC-Chromatogramm eines Sonnenblumenöls.

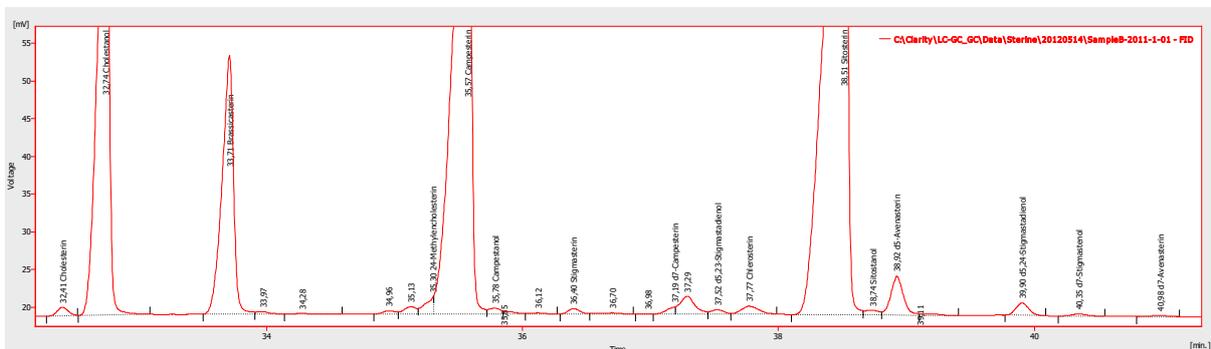


Abbildung 3: GC-Chromatogramm eines Rapsöls.

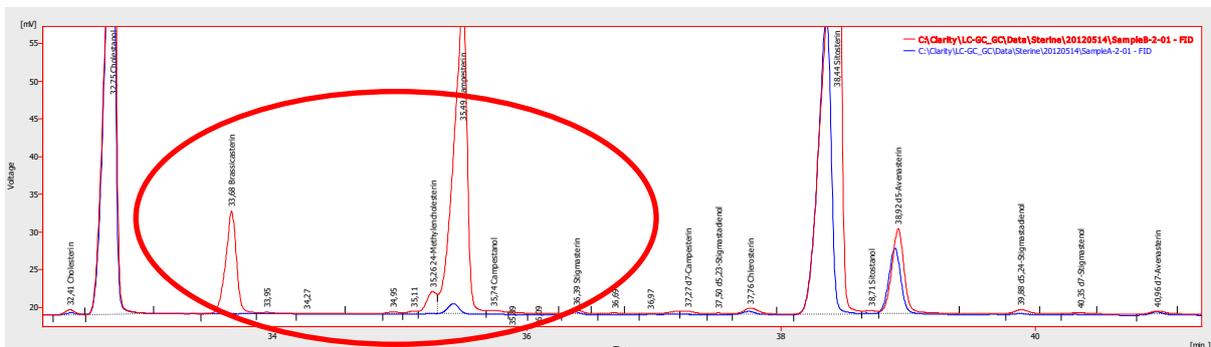


Abbildung 4: Chromatogramm eines mit Rapsöl verschnittenen Olivenöls.

Die CHRONECT Workstation Sterine ist eine Entwicklung von Axel Semrau.

Technische Änderungen vorbehalten

Axel Semrau GmbH & Co. KG

Stefansbecke 42

45549 Sprockhövel

Tel.: 02339 / 12090

Fax: 02339 / 6030

www.axelsemrau.de

info@axelsemrau.de