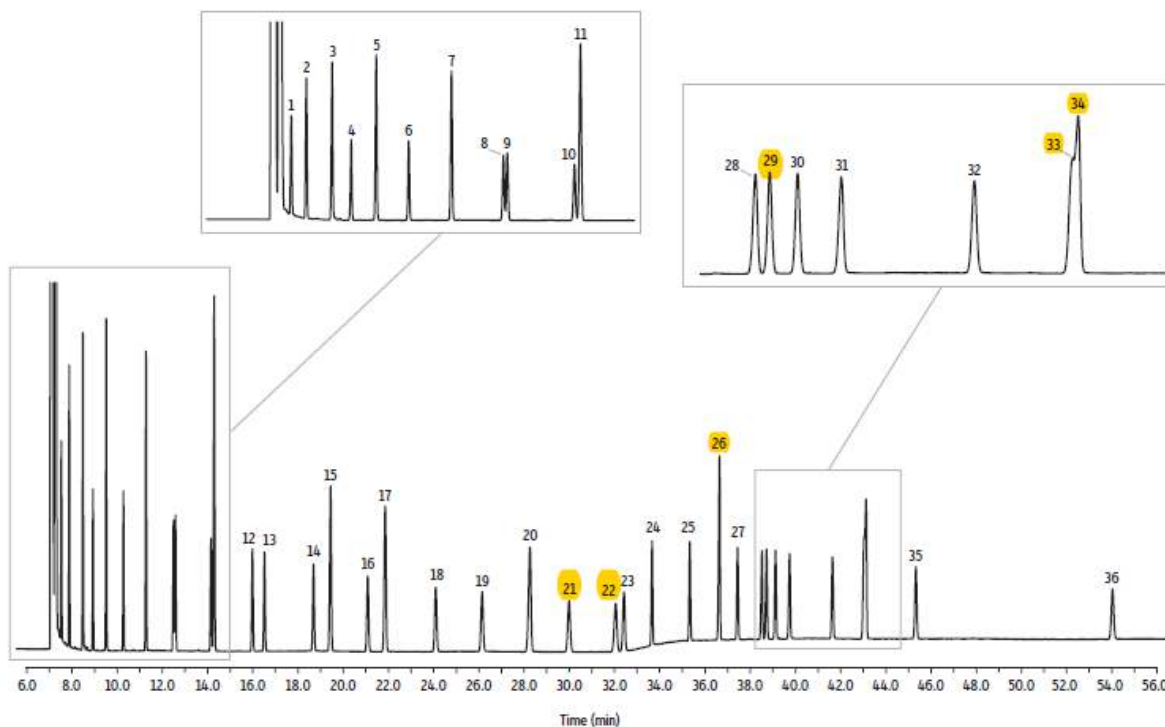


Rt - 2560 - Optimiert für die anspruchsvolle cis / trans FAME - Analytik

Die Analyse von Fettsäuren ist eine anspruchsvolle Aufgabe, die sich von der detaillierten Analyse von Fettsäuremethylestern (FAMES) in Lebensmitteln, über die Bewertung des Transfettgehalts in Lebensmitteln und Speiseölen bis hin zu der Bestimmung des Fettsäureprofils in Speiseölen bewegt.

➔ Für diese Fragestellungen eignet sich am besten die **Rt-2560** - eine 100% Biscyanopropylpolysiloxan-Phase - mit einer Länge von 100 Metern. Durch die Polarität und Länge der Säule ist sowohl eine Trennung der FAMES nach der Kettenlänge und dem Grad der Ungesättigtheit also auch nach Position und Isomerie der Doppelbindungen möglich.

Wie das folgende Chromatogramm zeigt, sind mit der Rt-2560 eine ganze Reihe kritischer Trennungen kein Problem:

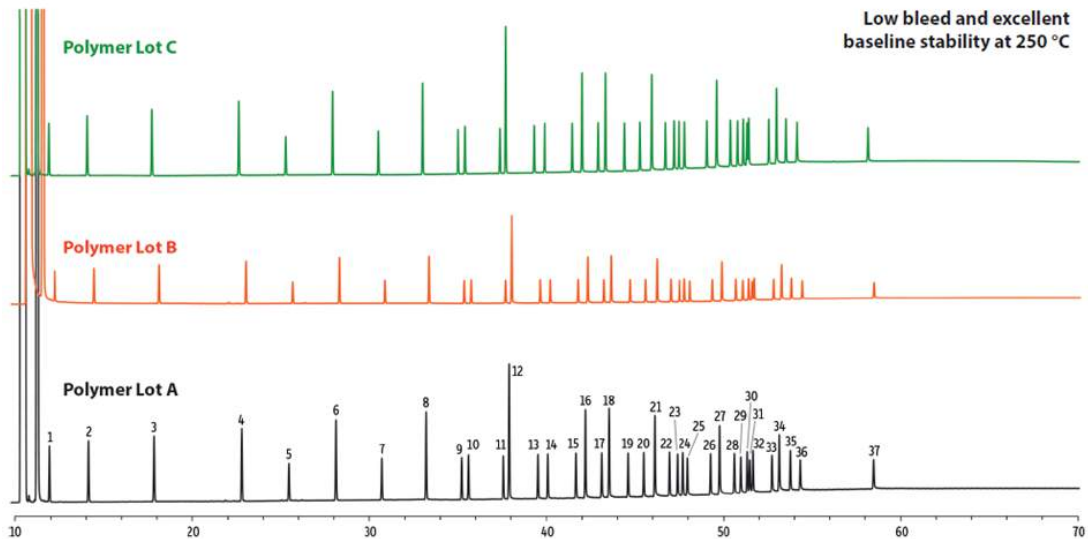


GC_FF1262

Peaks	t _R (min)	Conc. (µg/mL)	Structural Nomenclature	Column	Rt-2560, 100 m, 0.25 mm ID, 0.20 µm (cat.# 13198)
1. Methyl caproate	7.52	40	C6:0	Sample	Food industry FAME mix (cat.# 35077)
2. Methyl octanoate	7.88	40	C8:0	Diluent:	Hexane/dichloromethane
3. Methyl decanoate	8.48	40	C10:0	Conc.:	1,000 µg/mL
4. Methyl undecanoate	8.93	20	C11:0	Injection	
5. Methyl dodecanoate	9.51	40	C12:0	Inj. Vol.:	1 µL split (split ratio 20:1)
6. Methyl tridecanoate	10.27	20	C13:0	Liner:	Premium 4 mm Precision liner w/wool (cat.# 23305.1)
7. Methyl myristate	11.27	40	C14:0	Inj. Temp.:	235 °C
8. Methyl myristoleate	12.48	20	C14:1 (c9)	Oven	
9. Methyl pentadecanoate	12.57	20	C15:0	Oven Temp.:	180 °C (hold 32 min) to 215 °C at 20 °C/min (hold 31.25 min)
10. Methyl pentadecenoate	14.15	20	C15:1 (C10)	Carrier Gas	He, constant flow
11. Methyl palmitate	14.28	60	C16:0	Flow Rate:	2.0 mL/min
12. Methyl palmitoleate	15.98	20	C16:1 (c9)	Detector	FID @ 325 °C
13. Methyl heptadecanoate	16.51	20	C17:0	Make-up Gas Flow Rate:	45 mL/min
14. Methyl heptadecenoate	18.68	20	C17:1 (c10)	Make-up Gas Type:	N ₂
15. Methyl stearate	19.43	40	C18:0	Hydrogen flow:	30 mL/min
16. Methyl octadecenoate	21.08	20	C18:1 (t9)	Air flow:	300 mL/min
17. Methyl oleate	21.85	40	C18:1 (c9)	Data Rate:	20 Hz
18. Methyl linoleidate	24.09	20	C18:2 (t9,t12)	Instrument	Agilent 7890A GC
19. Methyl linoleate	26.14	20	C18:2 (c9,c12)	Notes	C4:0 Methyl butyrate (623-42-7) elutes in the solvent front.
20. Methyl arachidate	28.25	40	C20:0		
21. Methyl linolenate	29.98	20	C18:3 (c6,c9,c12)		
22. Methyl eicosenoate	32.05	20	C20:1 (c11)		
23. Methyl linolenate	32.41	20	C18:3 (c9,c12,c15)		
24. Methyl heneicosanoate	33.66	20	C21:0		
25. Methyl eicosadienoate	35.33	20	C20:2 (c11,c14)		
26. Methyl behenate	36.64	40	C22:0		
27. Methyl eicosatrienoate	37.44	20	C20:3 (c8,c11,c14)		
28. Methyl erucate	38.51	20	C22:1 (c13)		
29. Methyl eicosatrienoate	38.72	20	C20:3 (c11,c14,c17)		
30. Methyl arachidonate	39.12	20	C20:4 (c5,c8,c11,c14,c17)		
31. Methyl tricosanoate	39.74	20	C23:0		
32. Methyl docosadienoate	41.64	20	C22:2 (c13,c16)		
33. Methyl eicosapentaenoate	43.07	20	C20:5 (c5,c8,c11,c14,c17)		
34. Methyl lignocerate	43.11	40	C24:0		
35. Methyl nervonate	45.33	20	C24:1 (c15)		
36. Methyl docosahexaenoate	54.02	20	C22:6 (c4,c7,c10,c13,c16,c19)		

Die hohe Polarität und große Länge der Säule stellen große Anforderungen an den Hersteller von Kapillarsäulen dar, da bereits kleinste Abweichungen im Herstellungsprozess die Reproduzierbarkeit der Trennung stark beeinflussen können. Aus diesem Grund hat Restek die Fertigung der Rt-2560 optimiert und einen neuen Prozess für die Qualitätskontrolle etabliert, um eine fortlaufende Konsistenz der detaillierten cis/trans-FAME Analytik sicher zu stellen. Dadurch werden Abweichungen verschiedener Säulen was Selektivität, Probenkapazität, Säulenbluten und Temperaturstabilität betrifft minimiert.

→ Der folgende Vergleich veranschaulicht die gute Reproduzierbarkeit der Rt-2560 von Charge zu Charge und zeigt darüber hinaus das geringe Blutungsverhalten auch bei Temperaturen um die 250°C.

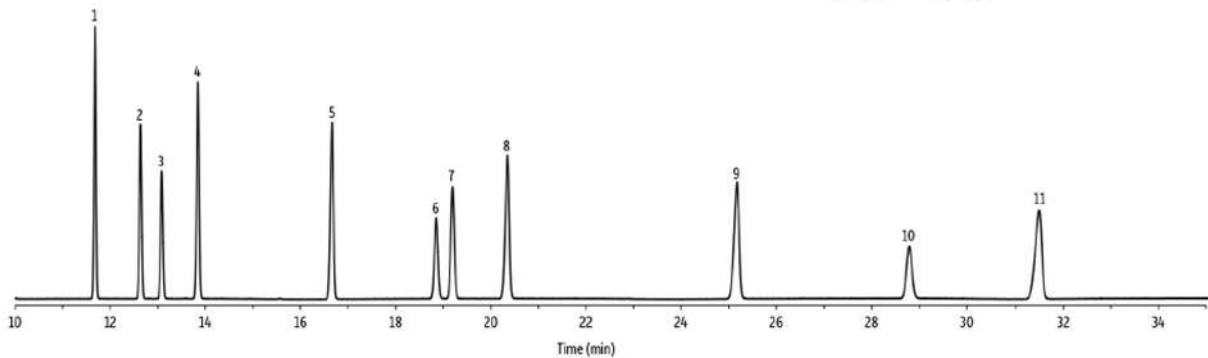


Der Testmix für die Qualitätskontrolle enthält sowohl gesättigte als auch ungesättigte Fettsäuren, für die unterschiedliche Qualitätskriterien wie Retentionszeitindex, Effizienz und Retentionsfaktor angewendet werden.

Test Mix Component	Structural Nomenclature	Performance Metric
Methyl octadecanoate	C18:0	
Methyl elaidate	C18:1-t9	Retention index
Methyl oleate	C18:1-c9	
Methyl nonadecanoate	C19:0	
Methyl eicosanoate	C20:0	Retention factor
Methyl eicosenoate	C20:1-c11	Resolution with methyl linolenate
Methyl linolenate	C18:3-c9,c12,c15	Retention index
Methyl heneicosanoate	C21:0	
Methyl docosanoate	C22:0	Retention factor and efficiency
Methyl eicosatrienoate	C20:3-c11,c14,c17	Retention index
Methyl tricosanoate	C23:0	

Die Basislinien-Trennung von C20:1-c11 und C18:3-cp,c12,c15 ist eine kritische Anforderung gängiger Methoden wie AOAC 996.06 und AOCS Ce 1j-07, um die Eignung des Systems zu überprüfen. Wenn diese Bedingungen erfüllt sind, kann man näherungsweise davon ausgehen, dass es sich bei den Peaks, die zwischen C20:0 und C20:1-c11 eluieren, um C18:3 Isomere handelt, die mindestens eine trans-Doppelbindung enthalten.

Peaks	t _R (min)	Conc. (µg/mL)	Structural Nomenclature	Column
1. Methyl octadecanoate	11.68	1.1	C18:0	Rt-2560, 100 m, 0.25 mm ID, 0.20 µm (cat.# 13198)
2. Methyl elaidate	12.64	0.8	C18:1 (t9)	Sample: Unsaturated FAMES QC test mix
3. Methyl oleate	13.09	0.6	C18:1 (c9)	Diluent: Hexane
4. Methyl nonadecanoate	13.84	1.1	C19:0	Injection: 1 µL split (split ratio 200:1)
5. Methyl eicosanoate	16.66	1.1	C20:0	Inj. Vol.: Premium 4 mm Precision liner w/wool (cat.# 23305.1)
6. Methyl eicosenoate	18.85	0.6	C20:1 (c11)	Liner: 250 °C
7. Methyl linolenate	19.20	0.8	C18:3 (c9,c12,c15)	Inj. Temp.: 250 °C
8. Methyl heicosanoate	20.35	1.1	C21:0	Oven: 180 °C (hold 40 min)
9. Methyl docosanoate	25.17	1.1	C22:0	Oven Temp.: 180 °C (hold 40 min)
10. Methyl eicosatrienoate	28.79	0.6	C20:3 (c11,c14,c17)	Carrier Gas: H ₂ , constant flow
11. Methyl tricosanoate	31.49	1.1	C23:0	Flow Rate: 2.5 mL/min
				Detector: FID @ 275 °C
				Make-up Gas: ---



Zusammengefasst empfehlen folgende Punkte die Rt-2560 für die Fettsäure-Analytik:

- ✓ einzigartige Selektivität der stationären Phase erlaubt die akkurate Trennung und Quantifizierung kritischer cis/trans FAMES
- ✓ umfassende Kriterien in der Qualitätskontrolle bezieht die Anforderungen der AOAC- und AOCS-Methoden mit ein
- ✓ optimierter Herstellungsprozess stellt Reproduzierbarkeit von Charge zu Charge sicher
- ✓ geringes Bluten und Temperaturstabilität bis 250°C

**Haben Sie Fragen zu dieser Problematik oder benötigen Sie weitere Informationen dazu?
Kontaktieren Sie uns!**

Dr. Dörte Lohrberg, Tel. 06172/2797-60, Email doerte.lohrberg@restekgmbh.de

