

AFDELING AKKERBOUW

1981-09-09

VERSLAG 81.74

pr.nr. 505.3010

Onderwerp: Optimalisatie GLC injectietechniek van lagere vetzuren.

Verzendlijst: directeur,
 sektorhoofden (3x),
 afd. Akkerbouw (4x),
 Dir. VKA,
 Normalisatie (Humme),
 Projektbeheer.

Project: Ontwikkeling methoden voor het bepalen van de vetzuur- en/of sterolsamenstelling van landbouw en visserijprodukten

Onderwerp: Optimalisatie GLC injectietechniek van lagere vetzuren.

Doel:

Onderzocht werd de mogelijkheid om selectieve verdamping bij injectie van melkvet vetzuremethylesters tegen te gaan, teneinde de analytiek voor de vetzuursamenstelling van melkvetten te verbeteren.

Samenvatting:

Onder verschillende omstandigheden werden een aantal injectietechnieken getoetst. Het restant aan vetzure methylesters in de injectiespuit na injectie, diende zoveel mogelijk gelijk te zijn aan de samenstelling van het eerste inject.

Conclusie:

Er bestaat een duidelijk aantoonbare selectiviteit (discriminatie) bij de gebruikelijke wijze van injecteren. De minder vluchtige vetzure methylesters van de hogere vetzuren blijven achter bij die van de lagere vetzuren.

Bij een "Sandwich" injectietechniek en 30 sec. injectie is deze discriminatie tot een minimum te beperken.

Verantwoordelijk: drs B.G. Muuse



Medewerker/Samensteller: H.J. van der Kamp

Inleiding:

Bij het ontwikkelen van een referentiemonster botervet kwam het probleem naar voren dat bij het injecteren een fout werd gemaakt doordat de methylesters van de hogere vetzuren moeilijk verdampen uit de injectiespuit terwijl dit bij de methylesters van de lagere vetzuren niet het geval is. Om dit te onderzoeken zijn enkele experimenten gedaan waarbij de temperatuur van het injectieblok en de verblijftijd van de naald in het injectieblok varieerden en waarbij gebruik werd gemaakt van verschillende injectiesystemen.

Apparatuur:

Gaschromatograaf: Varian 3700.

2 Kolommen: vulling 15% silar 9 CP op chromosorb WAW 100-120

Lengte: ca. 3 m I.D. 2,8 mm.

Kolomtemperatuur: 60-190°C met 4°C/min.

Flow: 20 ml N₂/min.

SP 4000 Dataverwerkingssysteem.

Injectiespuit: 10 µl Hamilton, type 701 N.

Experimenten:

Van een synthetisch methylestermengsel werd op verschillende manieren telkens 3 µl geïnjecteerd op kolom A van de gaschromatograaf. Na de inspuiting werd direct 5 µl oplosmiddel in de spuit gezogen en dit werd ingespoten op kolom B van dezelfde GC en aldus gelijktijdig geanalyseerd.

Variabelen:

De temperatuur van het injectieblok werd gevarieerd. Er werden 5 injectiemethoden toegepast (zie bijlage 1). Verder werd de tijd dat de naald van de spuit in het injectieblok zit gevarieerd.

Resultaten:

De resultaten zijn opgenomen in Tabel 1. In deze tabel is de verhouding van het piekoppervlak van de overeenkomstige vetzuren uit kolom B en kolom A opgenomen.

In bijlage 2 worden de resultaten grafisch weergegeven.

Tabel 1

	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15
Injectiemethode	I	I	II	II	II	III	III	III	III	IV	IV	IV	IV*	V	V
tijd naald in injectie- bij le injectie	20	0	20	60	30	20	30	0	20	20	30	60	30	30	60
temperatuur injectie- blok	200	220	220	200	200	200	200	220	220	220	200	200	200	200	200
C 8:0		0,054		0,011		0,016	0,012	0,061			0,013		0,016	0,049	0,014
C10:0		0,085	0,016	0,021	0,051	0,021	0,014	0,090		0,019	0,015	0,004	0,018	0,060	0,021
C12:0	0,067	0,104	0,021	0,035	0,082	0,023	0,017	0,096	0,011	0,030	0,019	0,007	0,021	0,070	0,031
C14:0	0,099	0,125	0,036	0,052	0,111	0,027	0,022	0,110	0,019	0,036	0,022	0,011	0,024	0,084	0,044
C16:0	0,117	0,139	0,045	0,065	0,138	0,029	0,025	0,113	0,026	0,045	0,025	0,014	0,025	0,094	0,053
C18:0	0,128	0,151	0,056	0,076	0,156	0,030	0,026	0,112	0,031	0,041	0,027	0,016	0,026	0,103	0,060
C18:1	0,119	0,149	0,054	0,072	0,153	0,029	0,026	0,111	0,029	0,040	0,027	0,016	0,026	0,100	0,059

* 3 µl oplosmiddel gebruikt.

Bespreking van de resultaten:

Er is sprake van discriminatie wanneer de verhouding van de piekoppervlakken voor de verschillende vetzuren niet konstant is.

Uit tabel 4 en de grafieken van bijlage 2 blijkt:

1. Discriminatie treedt in alle gevallen op. Bij de injecties 6, 7, 11, 12 en 13 is dit beduidend minder dan bij de overige.
2. Bij 6, 7, 11, 12 en 13 is gebruik gemaakt van de injectiemethoden III en IV. Deze hebben dus de voorkeur boven de methoden I, II en V.
3. Bij 6, 7, 11, 12 en 13 is de tijd dat de naald in de injector zit minimaal 20 en maximaal 60 seconden. Bij 0 seconden treedt een grotere discriminatie op (zie injectie 8).
4. De invloed van de temperatuur van het injectieblok op de discriminatie lijkt van minder belang.
5. Bij de injectiemethode I, II en V blijven veel meer methylesters achter in de injectiespuit dan bij methode III en IV.

Bij het onderzoek voor de ontwikkeling van een referentiemonster boter-
vet is gekozen voor de methodiek van injectie 11.

Injectie 11 betekent: sandwich systeem IV (bijlage 1)

injectietijd 30 sec.

injectieblokttemp. 200°C.

Gekozen is voor sandwich systeem IV daar dit in de praktijk beter uitvoerbaar is en even goed als systeem III, terwijl systeem I en II duidelijk slechter zijn. Systeem IV* heeft het nadeel dat door de grotere hoeveelheid oplosmiddel (3 µl) de oplosmiddelpiek minder goed gescheiden is van de boterzuurpiek en er een storende piekverbeelding optreedt.

De tijd dat de injectienaald in het injectieblok zit, is bij 20 sec. te kort (vergelijk injectie 10 en 11). Bij 60 sec. (injectie 12) blijven er weliswaar minder methylesters achter in de naald, doch de discriminatie is niet veranderd. Wel is bij 60 sec. de invloed van tailing nadelig op de vetzuuranalyse, zodat gekozen is voor injectie 11 met een injectieduur van 30 sec.

Conclusie:

Er treedt discriminatie op. Door een injectiemethode te kiezen waarbij in de injectiespuit de monsteroplossing zit opgesloten tussen twee luchtlagen; waarbij de injectienaald wordt nagespoeld met oplosmiddel (Bijlage 1, IV), en waarbij de injectienaald 30 sec. in het injectieblok wordt gehouden, kan de discriminatie tot een minimum beperkt worden.

Bijlage 2

