

Sistema de LC-GC para Análisis de Esteroles



Información de Producto

Marzo 2020

Análisis de esteroides

Se requiere la determinación de esteroides, por ejemplo, durante el control de calidad de los aceites. Un parámetro esencial para la pureza y calidad de los aceites es la composición de los esteroides incorporados. El procedimiento analítico común para determinar el contenido total de esteroides y el porcentaje de distribución de diferentes esteroides en grasas y aceites requiere mucho tiempo y requiere numerosos pasos de preparación manual de muestras.

De acuerdo con el procedimiento ISO 12228, la muestra se saponifica y luego se purifica usando extracción en fase sólida. Después de la neutralización y concentración, los analitos restantes se purifican adicionalmente mediante el uso de una cromatografía preparativa de capa fina. Posteriormente, se requiere una extracción manual de la fracción de la placa de TLC. La fracción obtenida se derivatiza y finalmente se analiza cromatográficamente usando GC-FID. En consecuencia, el gasto de tiempo y la tasa de error son bastante altos debido a los pasos manuales.

El método para la determinación de esteroides en aceites descrito aquí se basa en la tecnología LC-GC de Axel Semrau®, que ya se aplicó con éxito para el análisis de MOSH / MOAH en alimentos y envases. Se aplica de forma rutinaria en numerosos laboratorios. La saponificación y otros pasos de preparación se realizan de forma totalmente automática mediante el uso de un muestreador automático RTC PAL con jeringas independientes. En el proceso, una jeringa de dosificación distribuye los reactivos necesarios para la saponificación y otra jeringa más pequeña realiza la inyección en el dispositivo de HPLC. Solo el concepto del muestreador PAL que utiliza numerosas jeringas diferentes permite una automatización completa.

La purificación posterior se realiza por HPLC.

Una fracción de HPLC de 700 µL que contiene los esteroides se transfiere con precisión al sistema de cromatografía de gases y se detecta a través de FID. Todos los componentes perturbadores que generalmente están separados por TLC están elegantemente separados por LC aquí y, por lo tanto, se mantienen alejados del GC.

No son necesarias intervenciones manuales como, por ejemplo, la concentración, lo que evita la posible contaminación. El único paso manual es pesar la muestra y colocarla en el muestreador automático. Después de aproximadamente dos horas, los resultados finales están disponibles.

Extensas pruebas en los laboratorios del cliente utilizando varias muestras y comparándolas con aquellas con una composición de esteroides conocida verifican que el método aquí descrito es exacto y proporciona resultados reproducibles. Todos los parámetros analíticos del procedimiento son igualmente precisos que el método ISO o incluso lo superan.

Todo el control lo realiza el software fácil de usar CHRONOS. Por lo tanto, incluso los métodos complejos son fáciles de manejar. Las soluciones LC-GC de Axel Semrau® están preinstaladas en laboratorios de aplicación, probadas y entregadas al cliente listas para usar. Por lo tanto, se asegura la continuación más rápida posible de la medición de rutina.



Ventajas del sistema LC-GC Esteroles

- Alto rendimiento de muestra
- Alto grado de automatización
- Sin riesgo de contaminación
- Excelente reproducibilidad
- La mejor sensibilidad posible
- Ampliable a otras aplicaciones, p. Ej. determinación de aceites minerales, determinación de ésteres alquílicos o estudios de estigma
- Seguridad de la inversión
- Corto período de capacitación debido a la instalación del método listo para usar y la introducción al sistema
- Soporte calificado



Componentes del sistema

- Bomba HPLC Agilent 1260 con detector UV y desgasificador (alternativamente, sistema HPLC Knauer Azura o Shi-madzu LC 20)
- Muestreador automático RTC PAL para saponificación y purificación automatizadas
- Agilent 7890B con FID
- Interfaz CHRONECT LC-GC para acoplar el HPLC con el GC
- Sistema de datos que incluye software de control y evaluación
- Accesorios y consumibles

Las siguientes figuras presentan algunos ejemplos de cromatogramas de la aplicación

El acoplamiento LC-GC suministra dos cromatogramas al mismo tiempo:

- Señal del detector UV de la HPLC
- Señal FID de los esteroides

Es evidente que este método de separación permite una distinción entre esteroides $\Delta 5$ y $\Delta 7$ que difícilmente puede lograrse mediante el método manual. Después del análisis, la columna de HPLC se enjuaga y reacondiciona. Esto se realiza en paralelo a la ejecución del

GC y, por lo tanto, garantiza el mayor rendimiento de la muestra y condiciones iniciales estables.

Esta contaminación se puede ver fácilmente dentro de la distribución de esteroides. Las cantidades de brasicasterol y campesterol en el aceite mezclado (rojo) son significativamente mayores que en el aceite de oliva puro (azul) (véase la Fig. 4).

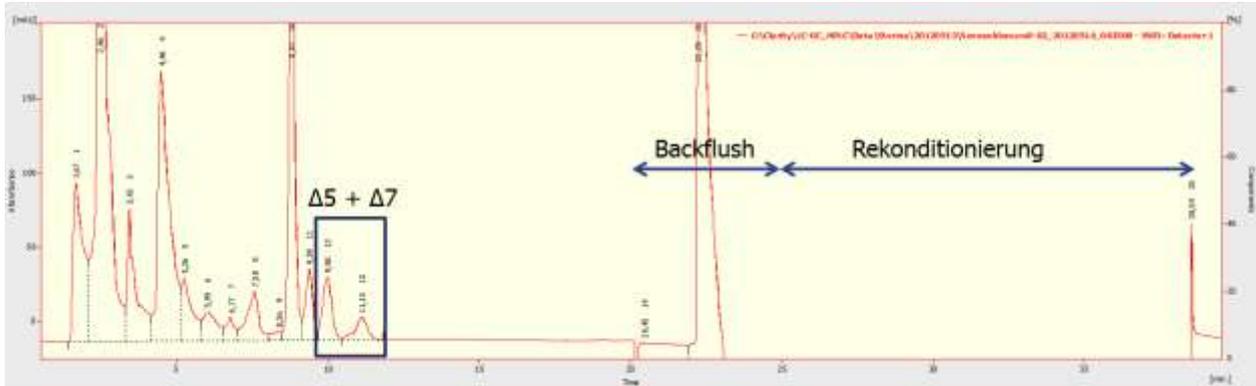


Figura 1: HPLC cromatograma

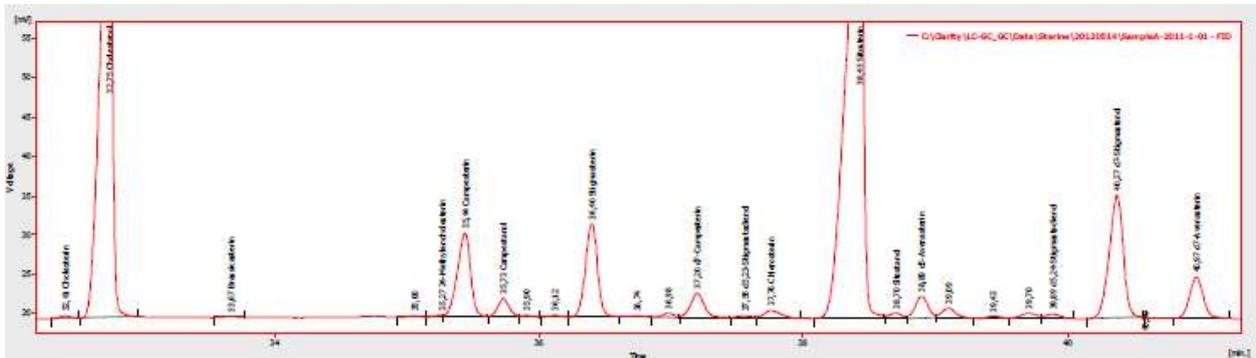


Figura 2: GC cromatograma de aceite de girasol.

