

CROMATOGRAFIA MULTIDIMENSIONALE HPLC+GC/MS ANALISI BREVETTATA DEGLI OLI

INIEZIONE DIRETTA DI OLI (OLIO D'OLIVA, DI COLZA, DI SEMI, ECC.) IN SISTEMA DI CROMATOGRAFIA MULTIDIMENSIONALE (Tecnologia brevettata) PER LA DETERMINAZIONE DI PARAMETRI COME PAHS, PESTICIDI, COMPONENTI MINORI, FAMES, WAX ESTER (Metodo Brevettato).



KONIK K2 Q12®

The universe of molecules... The world of KONIK









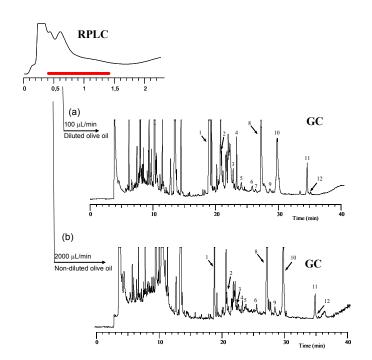
APPLICAZIONI PER HPLC+GC

ANALISI DI COMPONENTI MINORI INIEZIONE DIRETTA SENZA PREPARAZIONE DEL CAMPIONE

L'olio di oliva si caratterizza per il suo sapore delicato e unico. L'unicità del sapore e aroma è causa di una serie di componenti che sono presenti in concentrazioni molto basse. Mentre la maggior parte (> 95%) dell'olio consiste di acidi grassi legati al glicerolo (trigliceridi), vi è un gran numero di componenti che sono presenti solo in piccole quantità. Tuttavia, questi cosiddetti componenti minori sono di grande importanza, alcuni di loro sono stati segnalati per essere di benefici alla salute umana, altri migliorano la stabilità dell'olio e, non ultimo, alcuni sono responsabili del sapore unico dell'olio.

Figure 3: HPLC-GC chromatogram:

- (1) squalene
- (2) δ -tocopherol
- (3) γ -tocopherol
- (4) cholesterol
- (5) α -tocopherol
- (6) campesterol
- (7) stigmasterol
- (8) β-sitosterol
- (9) ∆7-stigmasterol
- (10) ∆7-avenasterol
- (11) erythrodiol
- (12) uvaol



MINOR COMPONENTS		TAL .4 min)		TION a	FRACTION b (1-1.4 min)	
	R.S.D. (Area)	R.S.D. (tr)	R.S.D. (Area)	R.S.D. (tr)	R.S.D. (Area)	R.S.D. (tr)
Squalene	3	0.1			4	0.09
δ-tocopherol	4	0.1	6	0.3		
γ-tocopherol	9	0.1	7	0.3		
Cholesterol	14	0.1	4	0.2		
γ-tocopherol	12	0.2	11	0.2	-	
Campesterol	6	0.2	6	0.3		
Stigmasterol	8	0.1	9	0.3		
β-sitosterol	5	0.2	8	0.3		
Δ ⁷ -Stigmasterol	10	0.2	10	0.3		
Δ ⁷ -Avenasterol	3	0.1	3	0.2		
Erythrodiol	11	0.3			6	0.1
Uvaol	9	0.2			6	0.1



APPLICAZIONI PER HPLC+GC

ANALISI DI WAX ESTERS - METODO BREVETTATO PUBBLICATO SU JOURNAL OF CHROMATOGRAPHY A, 1218 (2011) 4960-4965 INIEZIONE DIRETTA SENZA PREPARAZIONE DEL CAMPIONE

Viene presentato un metodo automatizzato per l'analisi diretta di esteri cerosi (wax esters) in oli commestibili. Il metodo proposto utilizza il TOTAD (brevetto di Konik), per l'accoppiamento in linea di HPLC e gascromatografia. Il sistema è completamente automatizzato, l'olio diluito con eptano ha come standard interno un wax ester C32, il campione è iniettato direttamente, senza alcuna fase di pretrattamento (solo filtrazione). Il metodo proposto consente analisi di differenti esteri cerosi, ed è più semplice e veloce del metodo Ufficiale dell'Unione Europea, che è pesante e richiede molto tempo. I risultati ottenuti corrispondono ai valori certificati, ottenuti dalla media dei risultati analitici, dallo studio inter-laboratorio dell'unione europea. Le deviazioni standard sono inferiori al 5%. Il metodo è adatto per analisi di routine poiché è completamente automatizzato.

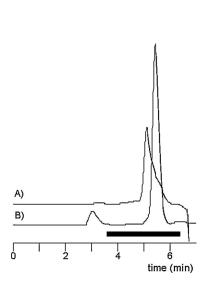


Fig. 2. LC chromatograms of (a) lampante olive oil (sample VG238) and (b) stock solutions of wax esters C32 and C40, registered with RI detector. The thick line between the time axis and the chromatograms indicates the transferred fraction.

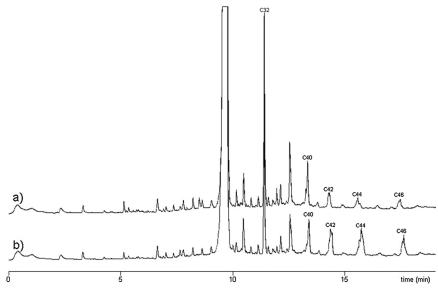


Fig. 3. GC chromatogram obtained from the NPLC-GC-FID analysis of (a) virgin olive oils and (b) refined olive oil.

Table 3Wax ester concentrations and standard deviation (mg/kg) obtained by the proposed method for different edible oils (VOO: virgin olive oil; ROO: refined olive oil; VSO: virgin sunflower oil; RSO: refined sunflower oil). The number of injections was 3 (*n* = 3).

Wax ester	VOO	VOO		ROO		VSO		RSO	
	Concentration	SD	Concentration	SD	Concentration	SD	Concentration	SD	
C40	29.06	0.81	48.09	1.35	16.68	0.47	80.20	2.25	
C42	28.49	1.38	72.31	3.50	70.74	3.42	64.21	3.11	
C44	20.31	0.48	80.31	1.90	17.05	0.40	35.39	0.84	
C46	13.14	0.28	45.24	0.95	n.d.	_	n.d.	_	
Total	91.00	2.95	245.95	7.70	104.47	4.29	179.8	6.19	



CROMATOGRAFIA MULTIDIMENSIONALE VANTAGGI PRINCIPALI

- Preparazione del campione semplificata
- Completa Automazione
- Riduzione dei tempi di analisi
- Riduzione del consumo di solventi
- Permette la messa a punto rapida e semplice di nuovi metodi analitici o il miglioramento di metodi già sviluppati
- Garantisce l'integrità del campione aumentando la quantità di sostanza recuperata rendendo più semplice la quantificazione
- Rivelazione selettiva o universale (Analisi Target ed Un-target)
- · Migliorano i limiti di rilevabilità
- Analisi qualitativa adatta ad alle analisi di routine grazie al doppio tempo di ritenzione (HPLC e GC) e/o tramite il rivelatore di Massa
- Utilizzo indipendente di ciascun modulo (GC, HPLC, MS) per le analisi standardizzate su queste piattaforme, permette l'aggiunta di altri moduli come autocampionatore ROBOKROM, spazio di testa, P&T, SPmE, ecc...

