

Gleichzeitige Bestimmung des Wasser- und Ölgehalts in Samen mittels TD-NMR

ALLGEMEINE HINWEISE

Samen wie Sonnenblumen, Sojabohnen, Erdnüsse, Baumwollsamensamen und Raps werden wegen ihres Ölgehalts angebaut; Daher ist eine genaue und schnelle Bestimmung des Ölgehalts für Züchter, Landwirte und Käufer wichtig. Andererseits verringert ein zu hoher Wasser- oder Feuchtigkeitsgehalt die Kosten und die Haltbarkeit von Agrarprodukten.

Die traditionelle Methode zur Ölbestimmung basiert auf der Lösungsmittelextraktion, die zeitaufwändig ist, schädliche Reaktivstoffe und Lösungsmittel verwendet und die Ergebnisse außerdem von der Erfahrung des Bedieners abhängen. Daher zeichnen sich solche Methoden durch geringe Genauigkeit und schlechte Reproduzierbarkeit aus. Für diese Beurteilung eignet sich die Infrarotspektroskopie sehr gut, die Gerätekalibrierung ist jedoch nicht trivial. Der Feuchtigkeitsgehalt kann durch anschließendes Trocknen und Wiegen beurteilt werden, dies ist jedoch eine zeitaufwändige Technik.

Die Zeitbereichs-NMR ist eine leistungsstarke Technik zur schnellen gleichzeitigen Bestimmung beider Parameter. NMR ermöglicht die quantitative Bestimmung von Wasser- und Ölfractionen, da Wasser an die Cellulosematrix gebunden ist und das NMR-Signal des Wassergehalts im Vergleich zum relativ freien Ölsignal schnell abklingt.

In dieser Anwendung wird eine 2-Puls-Sequenz FID-Spin-Echo verwendet (Abbildung 1).

Das NMR-Signal unmittelbar nach dem 900-HF-Impuls ist proportional zum gesamten Öl-plus-Wasser-Gehalt und das Echosignal nach dem 1800-HF-Impuls nur proportional zum Ölgehalt. Der Reinwassergehalt kann durch Subtrahieren der Spin-Echo-Amplitude von der anfänglichen FID-Amplitude bestimmt werden.

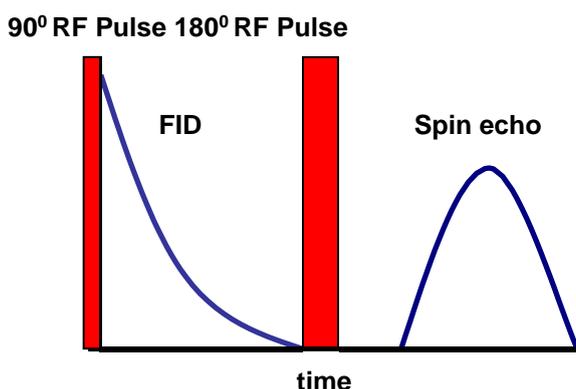


Fig 1. FID-Spin echo sequence

AUSRÜSTUNG

Resonance Systems NMR-Analysator **Spin Track** (Abb. 2) ist aufgrund der kurzen Totzeit, der hohen Erfassungsrate und des hohen Signal-Rausch-Verhältnisses ein ideales Instrument für Öl- und Feuchtigkeitsanwendungen, wodurch die Messungen sehr reproduzierbar und genau sind. Das geringe Gewicht und die Mobilität ermöglichen den Einsatz sowohl in der industriellen Routineanalytik als auch in Speziallaboren. Spin Track erfüllt die Anforderungen der Normen ISO 10565 und ISO 10632.



Fig 2. NMR analyzer **Spin Track**

Da es auf moderner Elektronik basiert und alle Messungen als automatische Routinen auf Knopfdruck durchgeführt werden, ist Spin Track äußerst benutzerfreundlich.

Spin Track kann mit Probenvolumina von bis zu 45 cm³ betrieben werden. Das Kalibrierverfahren für den Öl- und Feuchtigkeitsgehalt entspricht ebenfalls vollständig ISO 10565 und ISO 10632. Typische Kalibrierkurven sind in Abbildung 3 dargestellt.

Das Seeds-Analyzer-Paket umfasst:

- Spin-Track-NMR-Analysator mit thermisch stabilisiertem Magnetsystem;
- PC mit vorinstalliertem Microsoft-Betriebssystem © Windows 7, 8 oder 11* und Relax 8-Software;
- Reagenzgläser mit Außendurchmesser 10, 18 oder 40 mm**;
- Kunststoffkappen für Reagenzgläser;
- Installationsanleitung;
- Methodenblatt;
- Kalibrierungs-/Validierungsproben;
- Autosampler (optional).

* Vom PC-Hersteller festgelegt

** Abhängig von den untersuchten Proben

Eine elektronische Präzisionswaage ist ebenfalls enthalten.



KALIBRIERUNG UND MESSUNG

Der Workflow besteht aus folgenden Schritten:

1. Kalibrierung anhand mehrerer Proben mit bekannten Werten des Feuchtigkeits-/Ölgehalts (hergestellt durch Referenztechnik);
2. Probenröhrchen füllen;
3. Gewichtung;
4. Einsetzen des Probenröhrchens in einen Detektor manuell oder mit dem Autosampler;
5. Durchführung einer Messung, die normalerweise weniger als 1 Minute dauert;
6. Alle Messergebnisse werden in einer Tabelle erfasst, gespeichert und können sowohl am Computer als auch online abgerufen werden.

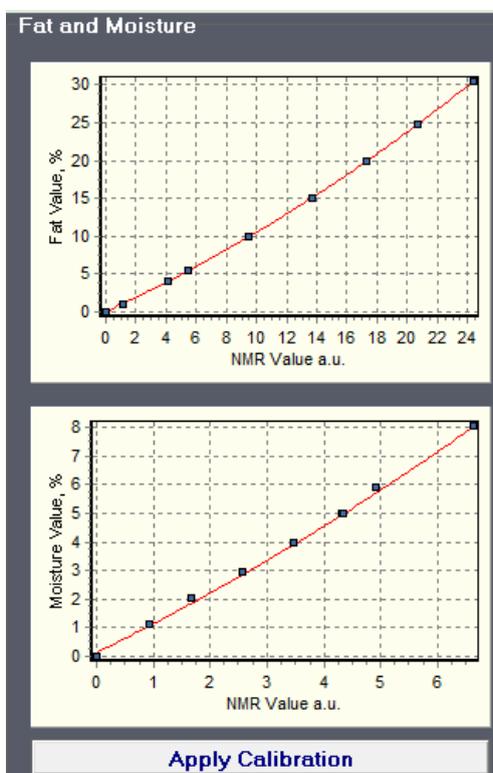


Fig 3. Calibration curves.

FUNKTIONEN UND VORTEILE

Hauptvorteile des **Spin Track** TD-NMR-Analysators:

- Schnelle Messung mit hoher Ergebnisgenauigkeit;
- Minimale Kosten für Reagenzien und Reduzierung der Anzahl der vom Personal durchgeführten Operationen;
- Gleiche Ergebnisse des Gesamtfettgehalts bei unterschiedlicher Luftfeuchtigkeit;

- Prozess kann vollständig automatisiert werden;

- Technischer Support

Wie bereits erwähnt, erfüllt der Spin Track die Anforderungen der internationalen Standards ISO 10565 und ISO 10632.

KONTAKT

Weitere Informationen finden Sie auf der Website von Resonance Systems

www.nmr-design.com

German Headquarter

Seestrasse 28, D-73230, Kirchheim/Teck,
Resonance Systems GmbH

Phone: +49 (0) 7021-9822668

Fax: +49 (0) 7021-9822667

Mobile: +49 (0) 172-4374693

E-mail: info@resonance-systems.de