

Bestimmung des Festfettgehalts (SFC) in Ölen und Fetten mittels Spin Track-NMR-Analysator

ALLGEMEINE HINWEISE

Die Qualität von Lebensmitteln, die Fette und Öle enthalten, hängt stark vom Festfettgehalt (SFC) ab, der das Kristallisationsverhalten bei verschiedenen Temperaturen charakterisiert. Die SFC-Analyse, basierend auf der Bestimmung der Schmelzkurve, ist eine wesentliche Messung in der Back-, Süßwaren- und Fettindustrie. Die traditionellen Methoden zur SFC-Bestimmung sind langsam, nicht reproduzierbar und erfordern zusätzliche Chemikalien (z. B. Dilatometrie). Als Methode zur Bestimmung des SFC hat sich in den letzten Jahren die NMR etabliert. SFC-Messungen mittels NMR können schnell und genau durchgeführt werden.

GRUNDLAGEN DER METHODE

Es gibt zwei Ansätze zur Messung der SFC mittels NMR: indirekt und direkt. Die indirekte Methode basiert auf dem Vergleich der Probe mit der Trioleinprobe und erfordert die Messung zweier ähnlicher Proben, um die Genauigkeit zu verbessern. Diese Methode ist also relativ kompliziert. Die direkte Methode basiert auf der direkten Berechnung des Verhältnisses zwischen festen und flüssigen Teilen der Probe, erfordert jedoch hochpräzise Puls-NMR-Geräte mit einer Betriebsfrequenz von etwa 20 MHz oder mehr. Andererseits muss nichts weiter getan werden, als die Probe in den Sensor zu laden.

Die grundlegende Methode besteht also in der direkten Messung des Verhältnisses von festen und flüssigen Anteilen einer Probe. Im Allgemeinen zeichnen sich Fettproben durch zwei Trends des freien Induktionszerfalls (FID) aus: Da das Signal von Feststoffen viel schneller abklingt als Signale von Flüssigkeiten, zeigen sie zu einem frühen Zeitpunkt (feste Phase) einen schnellen Abfall und zu einem langen Zeitpunkt (flüssige Phase) einen langsamen Abfall. Zu diesem Zweck werden zwei Messpunkte auf dem FID ausgewählt, einer zu frühen Zeitpunkten (Punkt S) und einer zu langen Zeitpunkten (Punkt L).

FID ist das Signal nach der Hochfrequenzanregung (RF) der Probe; Dies ist das Signal, das durch die Relaxation der magnetischen Spins des Wasserstoff-Protons zurück in den Gleichgewichtszustand nach der HF-Störung verursacht wird. Die FID-

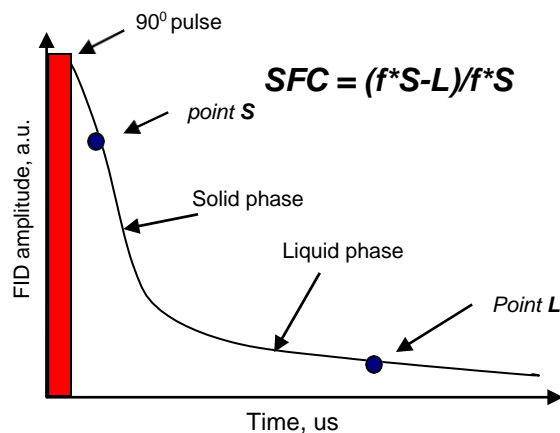


Fig. 1. SFC-Berechnung basierend auf FID

Amplitude am Punkt S entspricht der Feststoff- und Flüssigkeitsmenge, während der Punkt L nur der Flüssigkeitsmenge entspricht. Das spezifische Verhältnis kann mithilfe der in Abb. 1 gezeigten Gleichung ermittelt werden, wobei der f-Faktor durch eine vorherige Kalibrierung ermittelt wird. Dieses Verhältnis wird als SFC-Wert betrachtet.

Die Messungen sind sehr genau, wenn der S-Punkt der maximalen FID-Amplitude entspricht (idealerweise bei $t=0,0 \mu s$), aber es ist aufgrund der sogenannten „Ringzeit“ oder „Totzeit“ – wenige Mikrosekunden, während Resonanzprozesse im gestörten Sensorkreis gedämpft werden – nicht möglich, den ersten Punkt S unmittelbar nach dem Leistungsimpuls zu erfassen. Um eine genauere Messung zu ermöglichen, muss die Totzeit so kurz wie möglich sein. Der F-Faktor (f) ermöglicht die Vorhersage der tatsächlichen FID-Größe unmittelbar nach dem HF-Impuls und kann durch Messung von Proben mit bekanntem SFC-Gehalt bestimmt werden.

INSTRUMENTIERUNG



Fig. 2. NMR analyzer **Spin Track**
Der NMR-Analysator Spin Track (Abb. 2) von Resonance

Systems ist aufgrund seiner kurzen Totzeit, der hohen Erfassungsrate und des hohen Signal-Rausch-Verhältnisses ideal für SFC-Messungen, wodurch die Messungen sehr reproduzierbar und genau sind

Spin Track erfüllt alle Anforderungen internationaler Standards wie AOCS Cd 16b-93, AOCS Cd 16-81 überarbeitet im Jahr 2000, ISO 8292, IUPAC 2.150.

Das Paket zur Analyse des Feststofffettgehalts umfasst:

- Spin-Track-NMR-Analysator mit thermisch bei 40 °C stabilisiertem Magnetsystem;
- PC mit vorinstalliertem Microsoft-Betriebssystem © Windows 7, 8, 10 oder 11* und Relax 8-Software;
- Thermostate „ST-80“**;
- Kalibrierproben (Werte im Bereich 0...100 %);
- Reagenzgläser mit Außendurchmesser 10;
- Kunststoffkappen für Reagenzgläser;
- Installationsanleitung;
- Methodenblatt;
- Autosampler (optional).

* Vom PC-Hersteller festgelegt

**Hängt von der gewünschten Anzahl der Temperaturpunkte in der Schmelzkurve ab

KALIBRIERUNG UND MESSUNG

The workflow consists of the following steps (simplified procedure, see ISO 8292 recommendation for more detailed description):

1. Schmelzen bei 70-80 °C;
2. Füllen des Probenröhrchens (Probenhöhe muss 3 bis 5 cm betragen);
3. Anlassen bei 60 °C innerhalb von 10 Minuten;
4. Kristallisation bei 0 °C innerhalb von 60 Minuten;
5. Tempern auf die gewünschte Temperatur innerhalb von 30 Minuten;
6. Einsetzen des Probenröhrchens in einen Detektor manuell oder mit dem Autosampler;
7. Durchführung einer Messung, die einige Sekunden dauert;
8. Alle Messergebnisse werden in einer Tabelle erfasst, gespeichert und können sowohl am Computer als auch online abgerufen werden.

Das Kalibrierungsverfahren wird unter Verwendung des von Resonance System entwickelten Satzes von Originalkalibrierungsproben durchgeführt. Dieses Set enthält Proben mit 0, 30, 70 und 100 % Festphase. Die tägliche Kalibrierung des Analysators ist sehr wichtig, um korrekte Ergebnisse zu erhalten.

Die Kalibrierungskurve des Spin-Track-Analysators ist oben dargestellt (Abb. 3).

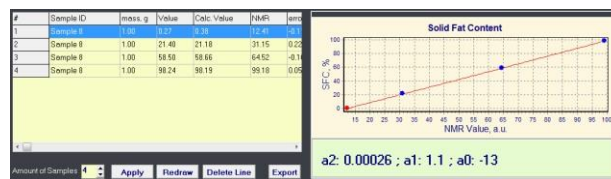


Fig. 3. Typische Kalibrierungskurve des Spin-Track-Analysators

Beispiele für Schmelzkurven sind in Abb. 4 dargestellt.

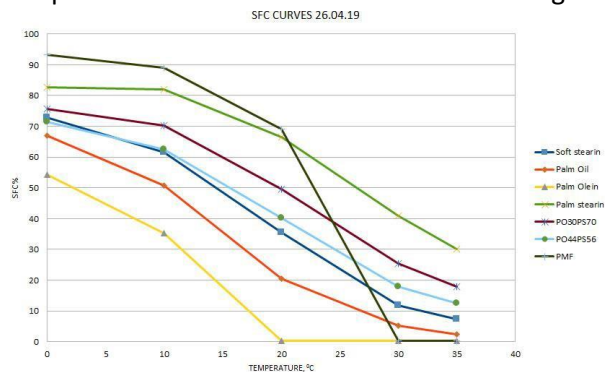


Abb. 4. Beispiele von Schmelzkurven

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