

Gerätebedingungen

HPAEC-PAD	Hochleistungs-Anionenaustauschchromatographie mit gepulster amperometrischer Detektion
Gerät	Thermo Scientific Dionex ICS-5000 ⁺
Mobile Phasen	A Wasser (pure), B NaOH 100 mM
Stat. Phase	Analytische Säule: CarboPac™ PA1, 2 x 250 mm Vorsäule: CarboPac™ PA1, 2 x 50mm
Elektrode	Gold Arbeitselektrode für Kohlenhydrate Dionex™ ED Einwegelektrode für elektrochemische Detektoren (Dionex Gold Disposable Electrode)
Referenzelektrode	Ag/AgCl
Temperatur	25 °C Säulentemperatur
Injektionsvolumen	5 µL
Chromatographiesoftware	Chromeleon 7.2

Gradientenelution

[min]	Fluss [mL/min]	% A	%B	Kurve
0	0,20	80	20	5
16	0,20	80	20	5
21	0,25	0	100	5
26	0,25	0	100	5
29	0,20	80	20	5
33	0,20	80	20	5

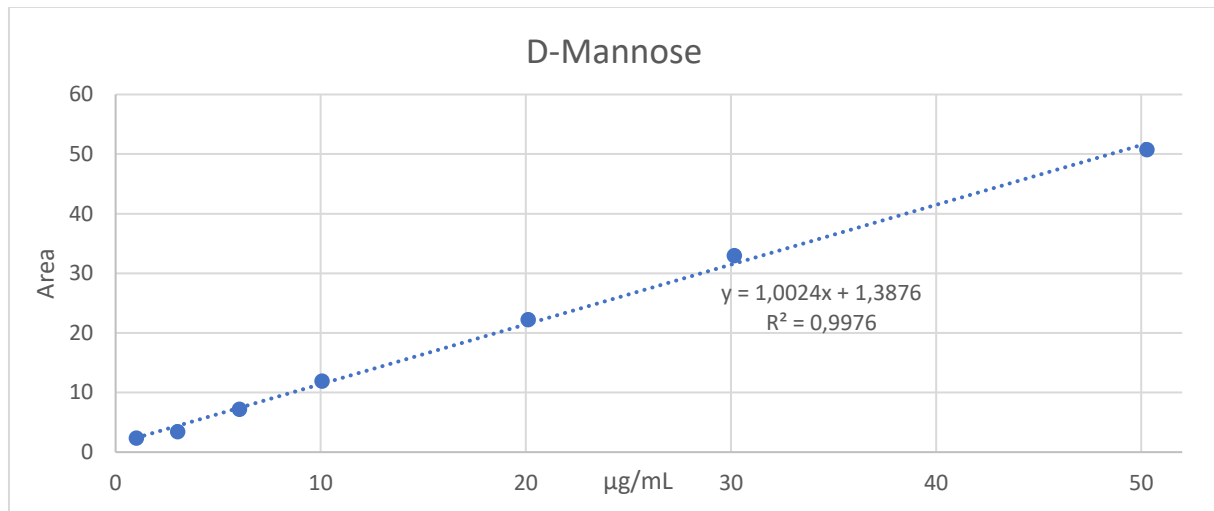
Waveform (für Kohlenhydrate)

[sec]	Potential (V) vs. Ag/AgCl	Integration
0,00	+0,1	
0,20	+0,1	Begin
0,40	+0,1	End
0,41	-2,0	
0,42	-2,0	
0,43	+0,6	
0,44	-0,1	
0,50	-0,1	

Kalibrierung mit D-Mannose

Linearität

alle Lösungen in Wasser (pure); 7 Konzentrationsstufen: c [$\mu\text{g/mL}$] = 50,28 / 30,17 / 20,11 / 10,06 / 6,03 / 3,02 / 1,01



Kalibrierung

mit jeder neuen Messequenz: drei Konzentrationsstufen (6 / 20 / 32 [$\mu\text{g/mL}$]) vor und nach jeder Probenreihe

Tabelle Einwaagen

alle Lösungen in Wasser (pure)

deklariertes Mannosegehalt [g/Einheit]	Einwaage	Messkolben 1 Volumen [mL]	Messkolben 2 Verdünnung [mL/mL]	erwartete Konzentration in der Messlösung [$\mu\text{g/mL}$]
0,5	1 Einheit	250	5 / 500	20
1,0	1 Einheit	500	5 / 500	20
2,0	1 Einheit	1000	5 / 500	20

Probenaufarbeitung

Gemäß der Tabelle Mannose-Präparate exakt einwiegen, mit Wasser in Messkolben 1 überführen, zur Extraktion (Lösung) 5 min ins Ultraschallbad stellen, mit Wasser zur Marke auffüllen.

Verdünnung: Aliquot gemäß Tabelle entnehmen und in Messkolben 2 pipettieren, mit Wasser zur Marke auffüllen.

Beispielchromatogramme

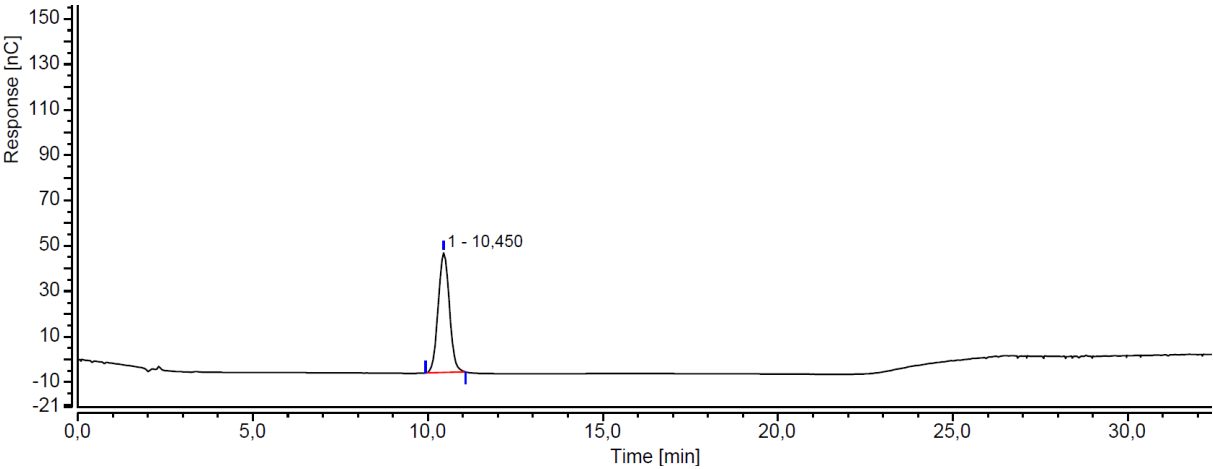


Abb. 2 Probe 6 (Einwaage 2013,7 mg / 1000 mL; Verdünnung 1:100 vor Injektion)

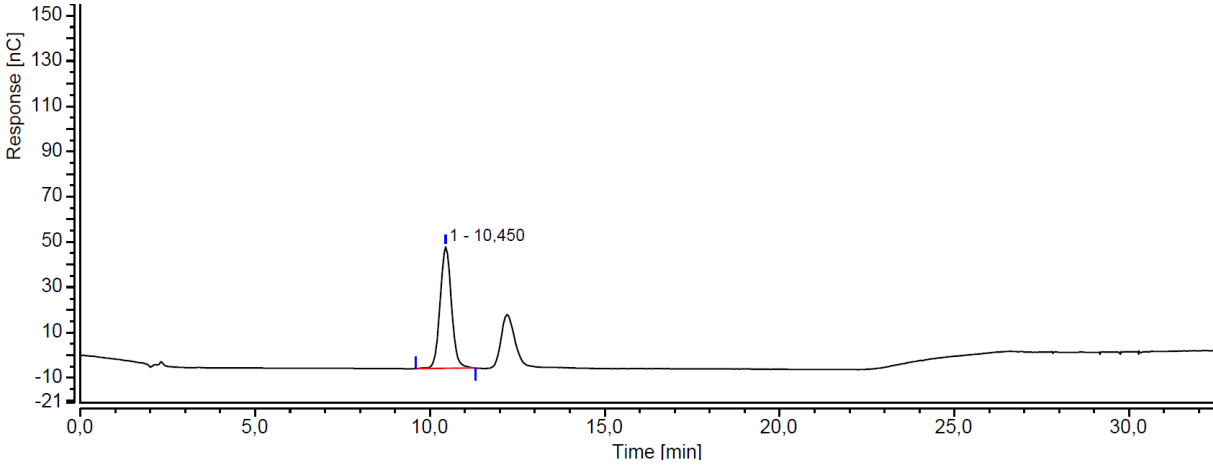


Abb. 1 Probe 4 (Einwaage 1 Sachet / 1000 mL; Verdünnung 1:100 vor Injektion). Hinweis: Peak 2 bei ca. 12,2 min = Fructose