

E DIN EN ISO 20122:2023-10 (D/E)

Erscheinungsdatum: 2023-09-08

Pflanzliche Öle - Bestimmung von gesättigten Mineralölkohlenwasserstoffen (MOSH) und aromatischen Kohlenwasserstoffen (MOAH) mit online gekoppelter HPLC-GC-FID-Analyse - Verfahren für die niedrige Bestimmungsgrenze (ISO/DIS 20122:2023); Deutsche und Englische Fassung prEN ISO 20122:2023

Vegetable oils - Determination of mineral oil saturated hydrocarbons (MOSH) and aromatic hydrocarbons (MOAH) with online coupled HPLC-GC-FID analysis - Method for low limit of quantification (ISO/DIS 20122:2023); German and English version prEN ISO 20122:2023

Inhalt	Seite
Europäisches Vorwort.....	9
Vorwort.....	10
Einleitung.....	11
1 Anwendungsbereich.....	12
2 Normative Verweisungen.....	12
3 Begriffe.....	12
4 Kurzbeschreibung.....	13
5 Reagenzien.....	14
6 Prüfeinrichtung.....	17
7 Probe.....	18
7.1 Probenahme.....	18
7.2 Herstellung der endgültigen Probe für flüssige und feste Fette.....	19
8 Durchführungen.....	19
8.1 Hexan-Ethanol-Verteilung zur Entfernung von störenden Substanzen.....	20
8.2 Verseifung.....	20
8.3 Entfernen von biogenen <i>n</i> -Alkanen mit Aluminiumoxid zur Bestimmung der MOSH-Fraktion.....	20
8.4 Aufreinigung vor der Epoxidierung zur Trennung polarer Substanzen.....	20
8.5 Epoxidierung der MOAH-Fraktion mit Ethanol zum Oxidieren ungesättigter nicht-aromatischer Verbindungen [8].....	21
8.6 Trennung mittels HPLC-GC.....	21
8.6.1 HPLC-Bedingungen.....	21
8.6.2 GC-Konfiguration.....	22
8.6.3 Konfiguration des Lösemitteldampfaustritts.....	23
8.6.4 Peak-Ermittlung.....	23
8.6.5 Prüfung der Systemeignung.....	24
8.7 Blindlauf.....	25
8.8 Qualitätskontrolle.....	26
9 Ergebnis der Bestimmung.....	26
9.1 Prüfung der Chromatogramme auf ausreichende Epoxidierung und andere maßgebende Parameter.....	26
9.2 Berechnung.....	26
10 Präzision des Verfahrens.....	28
10.1 Wiederholgrenze (<i>r</i>).....	28

10.2	Vergleichsgrenze (<i>R</i>).....	28
11	Prüfbericht.....	28
	Anhang A (informativ) Bilder und Chromatogramme.....	30
	Anhang B (informativ) Präzisionsdaten.....	39
	Anhang C (informativ) Alternatives Verfahren für die Epoxidierung der MOAH-Fraktion (Epoxidierung von Per(oxy)ameisensäure) [13].....	48
C.1	Durchführungen.....	48
C.2	Validierungsdaten.....	48
	Literaturhinweise.....	50

Bilder

Bild A.1	— HPLC-UV-Chromatogramm mit charakteristischem Signal- und Druckkanal für eine MOSH/MOAH-Messung.....	30
Bild A.2	— Elutionsschema der Stoffklassen der MOSH- und MOAH-Fraktion (oberer Teil) und der für die Grenzen der Fraktionierungsfenster genutzten Verifizierungsstandards (unterer Teil) [2].....	31
Bild A.3	— HPLC-GC-FID-Chromatogramm der MOSH-Fraktion des ISTD-Gemischs.....	31
Bild A.4	— HPLC-GC-FID-Chromatogramm der MOAH-Fraktion des ISTD-Gemischs.....	32
Bild A.5	— HPLC-GC-FID-Chromatogramm eines Alkan-Standard-Gemischs von C10 bis C50 zur Prüfung des nicht-diskriminierenden Fraktionstransfers.....	32
Bild A.6	— HPLC-GC-FID-Chromatogramm eines verunreinigten Sonnenblumenöls mit biogenen langkettigen <i>n</i> -Alkanen.....	32
Bild A.7	— HPLC-GC-FID-Chromatogramm eines verunreinigten Sonnenblumenöls (80 mg/kg) nach der Aufreinigung mit Aluminiumoxidsäule.....	33
Bild A.8	— HPLC-GC-FID-Chromatogramm der MOAH-Fraktion eines verunreinigten Sonnenblumenöls.....	33
Bild A.9	— HPLC-GC-FID-Chromatogramm der MOAH-Fraktion eines verunreinigten Sonnenblumenöls (15 mg/kg) nach der Epoxidierung.....	34
Bild A.10	— HPLC-GC-FID-Chromatogramm der MOSH-Fraktion eines aufgereinigten Kokosfetts.....	34
Bild A.11	— HPLC-GC-FID-Chromatogramm der MOSH-Fraktion eines aufgereinigten Kokosfetts.....	34
Bild A.12	— HPLC-GC-FID-Chromatogramm der MOSH-Fraktion mit POSH-Gehalt.....	35
Bild A.13	— HPLC-GC-FID-Chromatogramm der MOSH-Fraktion mit PAO-Gehalt.....	35
Bild A.14	— HPLC-GC-FID-Chromatogramm der MOSH-Fraktion einer durch Harzligomere verunreinigten Probe (ROSH).....	36
Bild A.15	— HPLC-GC-FID-Chromatogramm der MOAH-Fraktion einer durch Harzligomere verunreinigten Probe (ROAH).....	36
Bild A.16	— HPLC-GC-FID-Chromatogramm der MOSH-Fraktion einer durch einen synthetischen Schmierstoff verunreinigten Kakaobutterprobe (Polyalphaolefin (PAO)).....	37

Bild A.17 — HPLC-GC-FID-Chromatogramm der MOSH-Fraktion einer durch einen synthetischen Schmierstoff verunreinigten Kakaobutterprobe (Polyalphaolefin (PAO))	37
Bild A.18 — Das Verhältnis von Höhe des Basislinienversatzes zu Höhe des MOH-Signals im Integrationsbereich sollte ein Viertel nicht überschreiten	38
Bild A.19 — HPLC-GC-FID-Chromatogramm der MOSH-Fraktion — Integration von nicht getrennten störenden Substanzen	38

Tabellen

Tabelle 1 — Gradientenprogramm für die Trennung von MOSH und MOAH auf einer Kieselgelsäule mit Strömungsumkehr nach 6 min und Rekonditionierung nach 15 min	21
Tabelle 2 — Fraktionen entsprechend dem Technischen Bericht der JRC	27
Tabelle B.1 — Festlegung der Proben	39
Tabelle B.2 — Validierungsdaten für MOSH [C10-C50] in unterschiedlichen Pflanzenölen	40
Tabelle B.3 — Validierungsdaten für MOAH [C10-C50] in unterschiedlichen Pflanzenölen.....	40
Tabelle B.4 — Validierungsdaten für MOSH [C10-C16] in unterschiedlichen Pflanzenölen	41
Tabelle B.5 — Validierungsdaten für MOSH [C16-C20] in unterschiedlichen Pflanzenölen	42
Tabelle B.6 — Validierungsdaten für MOSH [C20-C25] in unterschiedlichen Pflanzenölen	42
Tabelle B.7 — Validierungsdaten für MOSH [C25-C35] in unterschiedlichen Pflanzenölen	43
Tabelle B.8 — Validierungsdaten für MOSH [C35-C40] in unterschiedlichen Pflanzenölen	44
Tabelle B.9 — Validierungsdaten für MOSH [C40-C50] in verschiedenen Pflanzenölen.....	44
Tabelle B.10 — Validierungsdaten für MOAH [C10-C16] in unterschiedlichen Pflanzenölen.....	45
Tabelle B.11 — Validierungsdaten für MOAH [C16-C25] in unterschiedlichen Pflanzenölen.....	46
Tabelle B.12 — Validierungsdaten für MOAH [C25-C35] in unterschiedlichen Pflanzenölen.....	46
Tabelle B.13 — Validierungsdaten für MOAH [C35-C50] in unterschiedlichen Pflanzenölen.....	47