

DIN EN ISO 20122:2025-06 (D)

Pflanzliche Öle - Bestimmung von gesättigten Mineralölkohlenwasserstoffen (MOSH) und aromatischen Kohlenwasserstoffen (MOAH) mit Analyse durch online gekoppelte Hochleistungsflüssigkeitschromatographie-Gaschromatographie mit Flammenionisationsdetektion (HPLC-GC-FID) - Verfahren für die niedrige Bestimmungsgrenze (ISO 20122:2024, korrigierte Fassung 2024-11); Deutsche Fassung EN ISO 20122:2024

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	19
7.1 Probenahme.....	19
7.2 Herstellung der endgültigen Probe für flüssige und feste Fette	19
8 Durchführungen	19
8.1 Allgemeines	19
8.2 Hexan-Ethanol-Verteilung zur Entfernung von störenden Substanzen	20
8.3 Verseifung.....	20
8.4 Entfernen von biogenen <i>n</i> -Alkanen mit Aluminiumoxid zur Bestimmung der MOSH-Fraktion	21
8.5 Aufreinigung vor der Epoxidierung zur Trennung polarer Substanzen	21
8.6 Epoxidierung der MOAH-Fraktion mit Ethanol zum Oxidieren ungesättigter nicht-aromatischer Verbindungen.....	21
8.7 Trennung mittels HPLC-GC.....	22
8.7.1 HPLC-Bedingungen	22
8.7.2 GC-Konfiguration.....	23
8.7.3 Konfiguration des Lösemitteldampfaustritts.....	24
8.7.4 Peak-Ermittlung.....	24
8.7.5 Prüfung der Systemeignung.....	25
8.8 Blindlauf.....	26
8.9 Qualitätskontrolle	27
9 Ergebnis der Bestimmung	27
9.1 Prüfung der Chromatogramme auf ausreichende Epoxidierung und andere maßgebende Parameter	27
9.2 Berechnung	27
10 Präzision des Verfahrens.....	29
10.1 Wiederholgrenze	29
10.2 Vergleichsgrenze	29
11 Prüfbericht	29

Anhang A (informativ) Bilder und Chromatogramme	31
Anhang B (informativ) Präzisionsdaten	40
Anhang C (informativ) Alternatives Verfahren für die Epoxidierung der MOAH-Fraktion (Epoxidierung mit Per(oxy)ameisensäure)	53
C.1 Durchführung	53
C.2 Validierungsdaten	53
Literaturhinweise	55

Bilder

Bild A.1 — HPLC-UV-Chromatogramm mit charakteristischem Signal- und Druckkanal für eine MOSH/MOAH-Messung	31
Bild A.2 — Elutionsschema der Stoffklassen der MOSH- und MOAH-Fraktion (oberer Teil) und der für die Grenzen der Fraktionierungsfenster genutzten Verifizierungsstandards (unterer Teil)	32
Bild A.3 — HPLC-GC-FID-Chromatogramm der MOSH-Fraktion des ISTD-Gemischs	32
Bild A.4 — HPLC-GC-FID-Chromatogramm der MOAH-Fraktion des ISTD-Gemischs	33
Bild A.5 — HPLC-GC-FID-Chromatogramm eines Alkan-Standard-Gemischs von C10 bis C50 zur Prüfung des nicht-diskriminierenden Fraktionstransfers	33
Bild A.6 — HPLC-GC-FID-Chromatogramm der MOSH-Fraktion eines verunreinigten Sonnenblumenöls mit biogenen langkettigen <i>n</i> -Alkanen	33
Bild A.7 — HPLC-GC-FID-Chromatogramm der MOSH-Fraktion eines verunreinigten Sonnenblumenöls (80 mg/kg) nach der Aufreinigung mit Aluminiumoxidsäule	34
Bild A.8 — HPLC-GC-FID-Chromatogramm der MOAH-Fraktion eines verunreinigten Sonnenblumenöls	34
Bild A.9 — HPLC-GC-FID-Chromatogramm der MOAH-Fraktion eines verunreinigten Sonnenblumenöls (15 mg/kg) nach der Epoxidierung	35
Bild A.10 — HPLC-GC-FID-Chromatogramm der MOSH-Fraktion eines aufgereinigten Kokosfetts	35
Bild A.11 — HPLC-GC-FID-Chromatogramm der MOSH-Fraktion eines aufgereinigten Kokosfetts	35
Bild A.12 — HPLC-GC-FID-Chromatogramm der MOSH-Fraktion mit POSH-Gehalt	36
Bild A.13 — HPLC-GC-FID-Chromatogramm der MOSH-Fraktion mit PAO-Gehalt	36
Bild A.14 — HPLC-GC-FID-Chromatogramm der MOSH-Fraktion einer durch Harz oligomere (ROSH) verunreinigten Probe	37
Bild A.15 — HPLC-GC-FID-Chromatogramm der MOAH-Fraktion einer durch Harz oligomere (ROAH) verunreinigten Probe	37
Bild A.16 — HPLC-GC-FID-Chromatogramm der MOSH-Fraktion einer durch einen synthetischen Schmierstoff (PAO) verunreinigten Kakaobutterprobe	38
Bild A.17 — HPLC-GC-FID-Chromatogramm der MOSH-Fraktion einer durch einen synthetischen Schmierstoff (PAO) verunreinigten Kakaobutterprobe	38

Bild A.18 — HPLC-GC-FID-Chromatogramm von MOH (MOSH und MOAH) — Grenzwert für das Verhältnis von Signal und Rauschen	39
Bild A.19 — HPLC-GC-FID-Chromatogramm der MOSH-Fraktion — Integration von nicht getrennten störenden Substanzen.....	39
Tabellen	
Tabelle 1 — Gradientenprogramm für die Trennung von MOSH und MOAH auf einer Kieselgelsäule mit Strömungsumkehr nach 6 min und Rekonditionierung nach 15 min	22
Tabelle 2 — Fraktionen nach Literaturhinweis [8]	28
Tabelle B.1 — Festlegung der Proben	40
Tabelle B.2 — Validierungsdaten für MOSH [C10-C50] in unterschiedlichen Pflanzenölen	41
Tabelle B.3 — Validierungsdaten für MOAH [C10-C50] in unterschiedlichen Pflanzenölen.....	42
Tabelle B.4 — Validierungsdaten für MOSH [C10-C16] in unterschiedlichen Pflanzenölen	43
Tabelle B.5 — Validierungsdaten für MOSH [C16-C20] in unterschiedlichen Pflanzenölen	44
Tabelle B.6 — Validierungsdaten für MOSH [C20-C25] in unterschiedlichen Pflanzenölen	45
Tabelle B.7 — Validierungsdaten für MOSH [C25-C35] in unterschiedlichen Pflanzenölen	46
Tabelle B.8 — Validierungsdaten für MOSH [C35-C40] in unterschiedlichen Pflanzenölen	47
Tabelle B.9 — Validierungsdaten für MOSH [C40-C50] in unterschiedlichen Pflanzenölen	48
Tabelle B.10 — Validierungsdaten für MOAH [C10-C16] in unterschiedlichen Pflanzenölen.....	49
Tabelle B.11 — Validierungsdaten für MOAH [C16-C25] in unterschiedlichen Pflanzenölen.....	50
Tabelle B.12 — Validierungsdaten für MOAH [C25-C35] in unterschiedlichen Pflanzenölen.....	51
Tabelle B.13 — Validierungsdaten für MOAH [C35-C50] in unterschiedlichen Pflanzenölen.....	52
Tabelle C.1 — MOAH-Gehalt für den Satz von Proben aus dem Ringversuch, mit Epoxidierung mit <i>m</i>-CPBA.....	53
Tabelle C.2 — MOAH-Gehalt für den Satz von Proben aus dem Ringversuch, mit Epoxidierung mit Per(oxy)ameisensäure.....	54