

DIN EN 16995



ICS 67.200.10

**Lebensmittel –
Pflanzliche Öle und Lebensmittel auf Basis pflanzlicher Öle –
Bestimmung von gesättigten Mineralöl-Kohlenwasserstoffen (MOSH) und
aromatischen Mineralöl-Kohlenwasserstoffen (MOAH) mit on-line
HPLC-GC-FID;
Deutsche Fassung EN 16995:2017**

Foodstuffs –
Vegetable oils and foodstuff on basis of vegetable oils –
Determination of mineral oil saturated hydrocarbons (MOSH) and mineral oil aromatic
hydrocarbons (MOAH) with on-line HPLC-GC-FID analysis;
German version EN 16995:2017

Produits alimentaires –
Huiles végétales et produits alimentaires à base d'huiles végétales –
Dosage des hydrocarbures saturés d'huile minérale (MOSH) et des hydrocarbures
aromatiques d'huile minérale (MOAH) par analyse par CLHP-GC-FID en ligne;
Version allemande EN 16995:2017

Gesamtumfang 35 Seiten

DIN-Normenausschuss Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL)

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (EN 16995:2017) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 275 „Lebensmittelanalytik — Horizontale Verfahren“ erarbeitet, dessen Sekretariat von DIN gehalten wird.

Das zuständige deutsche Normungsgremium ist der Arbeitsausschuss NA 057-01-14 AA „Prozesskontaminanten“ im DIN-Normenausschuss Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL).

Für die in diesem Dokument zitierten internationalen Dokumente wird im Folgenden auf die entsprechenden deutschen Dokumente hingewiesen:

ISO 5725-2 siehe DIN ISO 5725-2

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

DIN ISO 5725-2, *Genauigkeit (Richtigkeit und Präzision) von Messverfahren und Messergebnissen — Teil 2: Grundlegende Methode für Ermittlung der Wiederhol- und Vergleichpräzision eines vereinheitlichten Messverfahrens*

Deutsche Fassung

Lebensmittel —
Pflanzliche Öle und Lebensmittel auf Basis pflanzlicher Öle —
Bestimmung von gesättigten Mineralöl-Kohlenwasserstoffen
(MOSH) und aromatischen Mineralöl-Kohlenwasserstoffen
(MOAH) mit on-line HPLC-GC-FID

Foodstuffs —

Vegetable oils and foodstuff on basis of vegetable oils —
Determination of mineral oil saturated hydrocarbons
(MOSH) and mineral oil aromatic hydrocarbons
(MOAH) with on-line HPLC-GC-FID analysis

Produits alimentaires —

Huiles végétales et produits alimentaires à
base d'huiles végétales —
Dosage des hydrocarbures saturés d'huile minérale
(MOSH) et des hydrocarbures aromatiques d'huile
minérale (MOAH) par analyse par CLHP-CG-FID en ligne

Diese Europäische Norm wurde vom CEN am 10. März 2017 angenommen.

Die CEN-Mitglieder sind gehalten, die CEN/CENELEC-Geschäftsordnung zu erfüllen, in der die Bedingungen festgelegt sind, unter denen dieser Europäischen Norm ohne jede Änderung der Status einer nationalen Norm zu geben ist. Auf dem letzten Stand befindliche Listen dieser nationalen Normen mit ihren bibliographischen Angaben sind beim CEN-CENELEC-Management-Zentrum oder bei jedem CEN-Mitglied auf Anfrage erhältlich.

Diese Europäische Norm besteht in drei offiziellen Fassungen (Deutsch, Englisch, Französisch). Eine Fassung in einer anderen Sprache, die von einem CEN-Mitglied in eigener Verantwortung durch Übersetzung in seine Landessprache gemacht und dem Management-Zentrum mitgeteilt worden ist, hat den gleichen Status wie die offiziellen Fassungen.

CEN-Mitglieder sind die nationalen Normungsinstitute von Belgien, Bulgarien, Dänemark, Deutschland, der ehemaligen jugoslawischen Republik Mazedonien, Estland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Kroatien, Lettland, Litauen, Luxemburg, Malta, den Niederlanden, Norwegen, Österreich, Polen, Portugal, Rumänien, Schweden, der Schweiz, Serbien, der Slowakei, Slowenien, Spanien, der Tschechischen Republik, der Türkei, Ungarn, dem Vereinigten Königreich und Zypern.



EUROPÄISCHES KOMITEE FÜR NORMUNG
EUROPEAN COMMITTEE FOR STANDARDIZATION
COMITÉ EUROPÉEN DE NORMALISATION

CEN-CENELEC Management-Zentrum: Avenue Marnix 17, B-1000 Brüssel

Inhalt

	Seite
Europäisches Vorwort	3
1 Anwendungsbereich	4
2 Normative Verweisungen	4
3 Begriffe	4
4 Kurzbeschreibung	5
5 Reagenzien	5
6 Geräte	8
7 Lagerung der Probe	10
8 Vorbereitung der Untersuchungsprobe	10
9 Vorbereitung der Analysenprobe	10
10 Flüssigchromatographie und Gaschromatographie	12
11 Präzision	17
12 Prüfbericht	17
Anhang A (informativ) Beispiele für Chromatogramme	18
Anhang B (informativ) Präzisionsdaten	30
Literaturhinweise	33

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (EN 16995:2017) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 275 „Lebensmittelanalytik — Horizontale Verfahren“ erarbeitet, dessen Sekretariat von DIN gehalten wird.

Diese Europäische Norm muss den Status einer nationalen Norm erhalten, entweder durch Veröffentlichung eines identischen Textes oder durch Anerkennung bis Dezember 2017, und etwaige entgegenstehende nationale Normen müssen bis Dezember 2017 zurückgezogen werden.

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Elemente dieses Dokuments Patentrechte berühren können. CEN ist nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren.

Dieses Dokument wurde unter einem Normungsauftrag erarbeitet, den die Europäische Kommission und die Europäische Freihandelszone dem CEN erteilt haben.

WARNUNG — Die Anwendung dieser Norm bringt den Einsatz gefährdender Stoffe, Arbeitsabläufe und Geräte mit sich. Diese Norm erhebt nicht den Anspruch, alle Sicherheitsaspekte, die bei ihrer Anwendung auftreten können, aufzuzeigen. Es liegt in der Verantwortung des Anwenders dieser Norm, geeignete Vorkehrungen für den Arbeits- und Gesundheitsschutz des Personals zu treffen und vor der Anwendung zu prüfen, welche einschränkenden Vorschriften und Regelungen zu berücksichtigen sind.

Entsprechend der CEN-CENELEC-Geschäftsordnung sind die nationalen Normungsinstitute der folgenden Länder gehalten, diese Europäische Norm zu übernehmen: Belgien, Bulgarien, Dänemark, Deutschland, die ehemalige jugoslawische Republik Mazedonien, Estland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Kroatien, Lettland, Litauen, Luxemburg, Malta, Niederlande, Norwegen, Österreich, Polen, Portugal, Rumänien, Schweden, Schweiz, Serbien, Slowakei, Slowenien, Spanien, Tschechische Republik, Türkei, Ungarn, Vereinigtes Königreich und Zypern.

1 Anwendungsbereich

Diese Europäische Norm legt ein hocheffizientes Verfahren zur Bestimmung von gesättigten und aromatischen Kohlenwasserstoffen (von C10 bis C50) in pflanzlichen Fetten und Ölen und in Lebensmitteln auf der Basis von Pflanzenölen fest. Das Verfahren, das im Ringversuch getestet wurde, nutzt die Online-HPLC-GC-FID [1], [2] und [3] (HPLC: Hochleistungsflüssigchromatographie, en: high performance liquid chromatography; GC: Gaschromatographie, en: gas chromatography; FID: Flammenionisationsdetektor, en: flame ionization detector). Diese Norm ist nicht dafür vorgesehen, auf andere Lebensmittel angewendet zu werden.

Das Verfahren kann zur Bestimmung von gesättigten Mineralöl-Kohlenwasserstoffen (MOSH) und/oder aromatischen Mineralöl-Kohlenwasserstoffen (MOAH) verwendet werden.

Das Verfahren wurde in einem Ringversuch sowohl an natürlich kontaminierten als auch an angereicherten Pflanzenölproben, Mayonnaise- und Margarineproben in Bereichen von 4 mg/kg bis 197 mg/kg für MOSH und von 2 mg/kg bis 51 mg/kg für MOAH getestet.

Nach den Ringversuchsergebnissen hat sich das Verfahren bei Massenkonzentrationen an MOSH und MOAH von jeweils über 10 mg/kg als geeignet erwiesen.

Wenn Störungen aus natürlichen Quellen vermutet werden, kann die fossile Herkunft des MOSH- und MOAH-Anteiles durch Untersuchung des chromatographischen Profils durch GC-MS verifiziert werden.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden Dokumente, die in diesem Dokument teilweise oder als Ganzes zitiert werden, sind für die Anwendung dieses Dokuments erforderlich. Bei datierten Verweisungen gilt nur die in Bezug genommene Ausgabe. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe des in Bezug genommenen Dokuments (einschließlich aller Änderungen).

EN ISO 661 — *Tierische und pflanzliche Fette und Öle — Vorbereitung der Untersuchungsprobe (ISO 661)*

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die folgenden Begriffe.

3.1
gesättigte Mineralöl-Kohlenwasserstoffe
MOSH
(en: mineral oil saturated hydrocarbons)
paraffinische (offenkettige, üblicherweise verzweigte) und naphthenische (ringförmige, alkylierte) Kohlenwasserstoffe

3.2
aromatische Mineralöl-Kohlenwasserstoffe
MOAH
(en: mineral oil aromatic hydrocarbons)
aromatische überwiegend alkylierte Kohlenwasserstoffe

3.3
nicht aufgetrennte komplexe Mischung
UCM
(en: unresolved complex mixture)
komplexe Mischung von gesättigten oder aromatischen Kohlenwasserstoffen wie verzweigte Paraffine, alkylierte Naphthene und alkylierte Aromaten, die mittels Gaschromatographie nicht aufgetrennt werden können

4 Kurzbeschreibung

Die MOSH- und MOAH-Fraktionen werden mit einem HPLC-GC-FID-System isoliert und aufgetrennt. Die MOSH- und MOAH-Fraktionen werden auf einer Kieselgelsäule mit einem *n*-Hexan-/Dichlormethan-Gradienten getrennt und jeweils als 450- μ l-Anteile mit einem Y-Interface [4] in den GC transferiert, während die Triglyceride auf der HPLC-Säule zurückgehalten werden. Lösemitteldämpfe werden über einen Lösemitteldampfausgang, der sich zwischen der unbelegten Vorsäule und der GC-Trennsäule befindet, abgeführt. Flüchtige Substanzen werden, unter Anwendung einer teilweise gleichzeitigen Eluentenverdampfung, durch „solvent trapping“ erfasst. Schwerflüchtige Substanzen werden über die gesamte Länge der gefluteten unbelegten Vorsäule verteilt und mittels „Retention-Gap-Technik“ refokussiert [2].

Die dem Mineralöl entsprechende Peakfläche wird nach Abzug der aufsitzenden scharfen Peaks durch *n*-Alkane (natürlich vorkommende Kohlenwasserstoffe), Terpene, Squalen und dessen Isomerisierungsprodukte, Sterine und Olefine mit Carotinoidstruktur bestimmt. MOSH und MOAH werden über einen internen Standard quantifiziert, der vor der Untersuchung hinzugefügt wird. Verifizierungsstandards werden hinzugefügt, um die korrekte HPLC-Fraktionierung und die GC-Transferbedingungen zu überwachen.

Einige Pflanzenöle enthalten ungeradzahlige *n*-Alkane im Bereich C21 bis C33 in solchen Mengen, dass sie die Chromatogramme der MOSH-Fraktion stark überladen und mit dem Mineralöl-Hügel überlappen können. In diesem Fall wird ein zusätzliches Aufreinigungsverfahren empfohlen. Aktiviertes Aluminiumoxid bindet langkettige *n*-Alkane stark. Mineralöl, das Speiseöle kontaminiert, setzt sich fast ausschließlich aus verzweigten und ringförmigen Bestandteilen zusammen, die nicht von aktiviertem Aluminiumoxid festgehalten werden. Die Verwendung von aktiviertem Aluminiumoxid ermöglicht daher das Entfernen von Pflanzenparaffinen.

Epoxidierung ist als Aufreinigungsschritt zur quantitativen Bestimmung von MOAH erforderlich. Dieser Aufreinigungsschritt entfernt Olefine wie Squalen (z. B. Olivenöl, Palmöl), die in der MOAH-Fraktion eluieren und bei der quantitativen Bestimmung stören. Durch Epoxidierung werden auch bestimmte Olefine entfernt, die mit der MOSH-Fraktion koeluieren, daher darf die Epoxidierung auch als Aufreinigungsschritt für die MOSH-Fraktion verwendet werden. Obwohl der Epoxidierungsschritt nicht vollständig quantitativ ist und das Ausmaß von der Probe abhängen kann, ist dies der beste Kompromiss zur Entfernung von Olefinen. Je nach Probe kann durch diese Reaktion auch ein Teil der MOAH epoxidiert oder ein Teil der störenden Olefine unvollständig abgetrennt werden.

5 Reagenzien

Sofern nicht anders angegeben, werden ausschließlich Reagenzien von anerkannter Analysequalität verwendet.

5.1 Kieselgel 60¹⁾ reinst, für die Säulen-Chromatographie mit einer Partikelgröße von 60 μ m bis 200 μ m (70 mesh bis 230 mesh) in einer Glasflasche als Schutz gegen Verunreinigung.

5.2 Kieselgel 60, aktiviert.

Das Kieselgel (5.1) wird mindestens 16 h in einem Ofen bei 400 °C konditioniert.

5.3 Entmineralisiertes Wasser.

1) Kieselgel ist bei Merck, Produktnummer 7754 oder 7734 (www.merck-chemicals.com), erhältlich. Dies ist ein Beispiel für ein geeignetes handelsübliches Produkt. Diese Angabe dient nur zur Unterrichtung der Anwender dieser Europäischen Norm und bedeutet keine Anerkennung dieses Produktes durch CEN. Gleichwertige Produkte dürfen verwendet werden, wenn sie nachweisbar zu den gleichen Ergebnissen führen.

5.4 Wasserfreies Natriumsulfat, analysenrein, Reinheit $\geq 99\%$.

5.5 *n*-Hexan, für organische Spurenanalytik, für Pestizidrückstandsanalytik.

Die Reinheit von *n*-Hexan kann überprüft werden, indem 30 ml *n*-Hexan mit 25 µl der internen Standardlösung (5.21) und 2 Tropfen Bis(2-ethylhexyl)maleat (5.29) versetzt und im Rotationsverdampfer eingeeengt werden. Der Rückstand wird in 0,2 ml *n*-Hexan gelöst, und 50 µl von dieser Lösung werden mit Online-HPLC-GC-FID (6.8) untersucht. Während der Verdampfung ist darauf zu achten, dass der Rückstand nicht bis zur Trockne eingedampft wird, damit keine flüchtigen Kohlenwasserstoffe verloren gehen. Die Signalintensität für den eingedampften Rückstand sollte ein Zehntel der bei der Bestimmungsgrenze erhaltenen Signalintensität nicht überschreiten.

5.6 Dichlormethan (DCM), für organische Spurenanalytik, Reinheit $\geq 99\%$.

Die Reinheit von DCM kann überprüft werden, indem 50 ml DCM mit 25 µl der internen Standardlösung (5.21) und 2 Tropfen Bis(2-ethylhexyl)maleat (5.29) versetzt und im Rotationsverdampfer eingeeengt werden. Der Rückstand wird in 0,2 ml *n*-Hexan gelöst, und 50 µl von dieser Lösung werden mit Online-HPLC-GC-FID (6.8) untersucht. Während der Verdampfung ist darauf zu achten, dass der Rückstand nicht bis zur Trockne eingedampft wird, damit keine flüchtigen Kohlenwasserstoffe verloren gehen. Die Signalintensität für den eingedampften Rückstand sollte ein Fünftel der bei der Bestimmungsgrenze erhaltenen Signalintensität nicht überschreiten.

5.7 Dichlormethan-Lösung

30 ml DCM (5.6) werden mit *n*-Hexan (5.5) auf 100 ml aufgefüllt und gemischt. Die Lösung sollte täglich neu hergestellt werden.

5.8 Toluol.

5.9 1,1,2-Trichlorethan.

5.10 Perylen (Per), Reinheit $\geq 99\%$.

5.11 5- α -Cholestan (Cho), Reinheit $\geq 97\%$.

5.12 *n*-Undecan (*n*-C11), Reinheit $\geq 98\%$.

5.13 *n*-Tridecan (*n*-C13), Reinheit $\geq 97\%$.

5.14 Tri-tert-butylbenzol (TBB).

5.15 Bicyclohexyl (CyCy), Reinheit $\geq 99\%$.

5.16 1-Methylnaphthalin (1-MN), Reinheit $\geq 95\%$.

5.17 2-Methylnaphthalin (2-MN), Reinheit $\geq 97\%$.

5.18 Pentylbenzol (PB), Reinheit $\geq 96\%$.

5.19 Stammlösungen, Massenkonzentration $\rho = 10\text{ mg/ml}$.

Zur Herstellung einzelner Stammlösungen werden jeweils 100 mg *n*-C11 (5.12), *n*-C13 (5.13), TBB (5.14), CyCy (5.15), 1-MN (5.16), 2-MN (5.17) und PB (5.18) auf 1 mg in einen 10-ml-Messkolben eingewogen und bis zur Marke mit 1,1,2-Trichlorethan (5.9) oder Toluol (5.8) aufgefüllt. Die Lösungen werden bei Raumtemperatur gelagert. Wenn sich bei der Lagerung Kristalle bilden, werden diese durch Erwärmung der Lösung wieder vollständig aufgelöst.

5.20 Interne Standardlösung 1 (ISTD1)²⁾.

12 mg Per (5.10) und Cho (5.11) werden auf 0,5 mg in einen 20-ml-Messkolben (6.2.2) eingewogen und mit 600 µl jeder Stammlösung (5.19) versetzt, mit Ausnahme von *n*-C13, von der 300 µl hinzugefügt werden. Der 20-ml-Messkolben wird mit 1,1,2-Trichlorethan (5.9) oder Toluol (5.8) aufgefüllt. Die sich daraus ergebenden Massenkonzentrationen sind für *n*-C13: $\rho = 150 \mu\text{g/ml}$, für *n*-C11, TBB, CyCy, 1-MN, 2-MN und PB: $\rho = 300 \mu\text{g/ml}$ und für Per, Cho: $\rho = 600 \mu\text{g/ml}$.

5.21 Interne Standardlösung 2 (ISTD2).

Die ISTD1-Lösung wird um den Faktor 30 verdünnt, z. B. 333 µl werden mit *n*-Hexan (5.5) auf 10 ml aufgefüllt. Die sich daraus ergebenden Massenkonzentrationen sind für *n*-C13: $\rho = 5 \mu\text{g/ml}$, für *n*-C11, TBB, CyCy, 1-MN, 2-MN und PB: $\rho = 10 \mu\text{g/ml}$ und für Per, Cho: $\rho = 20 \mu\text{g/ml}$.

5.22 Aluminiumoxid 90, alkalisch, für Säulenchromatographie 0,063 mm bis 0,2 mm.

5.23 Aluminiumoxid, aktiviert (ALOX).

Vor Gebrauch wird Aluminiumoxid 90 (5.22) mindestens 16 h in einem Ofen bei 500 °C konditioniert.

5.24 Chlorperbenzoesäure (CPBA), Reinheit 70 % bis 75 %.

5.25 CPBA-Lösung, $\rho = 0,1 \text{ g/ml}$ in Dichlormethan.

Beispielsweise 1 g CPBA (5.24) in 10 ml DCM (5.6). Eine Trübung der Lösung stört die Reaktion nicht. Die Lösung kann bis zu einer Woche verwendet werden.

5.26 Ascorbinsäure.

5.27 Kieselgel-ALOX-Säule.

In jede Glassäule (6.2) wird ein Filter (6.3) eingesetzt. Anschließend werden 10 g ALOX (5.23) und 3 g Kieselgel (5.2) eingefüllt und komprimiert.

5.28 Aufreinigungssäule.

In ein SPE-Glasröhrchen (6.20) wird ein Filter (6.3) eingesetzt. Anschließend werden 3 g Kieselgel (5.2) eingefüllt, komprimiert und mit 0,5 g Natriumsulfat (5.4) überschichtet.

5.29 Keeper-Lösemittel.

Der Keeper ist ein Lösemittel, das gar nicht oder während der Verdampfung nur in geringerem Maß verdampft, z. B. Bis(2-ethylhexyl)maleat. Ein Keeper wird verwendet, um den Verlust von flüchtigen Verbindungen zu verhindern.

5.30 Trägergas für die Gaschromatographie, vorzugsweise Wasserstoff, Reinheit $\geq 99,995 \%$.

5.31 Hilfgase für den Flammenionisationsdetektor, Wasserstoff, Luft und Stickstoff, geeignet für Gaschromatographie.

²⁾ Diese Standardmischung ist beispielsweise bei Restek Corp., Cat.# 31070 erhältlich. Dies ist ein Beispiel für ein geeignetes handelsübliches Produkt. Diese Angabe dient nur zur Unterrichtung der Anwender dieser Europäischen Norm und bedeutet keine Anerkennung dieses Produktes durch CEN. Gleichwertige Produkte dürfen verwendet werden, wenn sie nachweisbar zu den gleichen Ergebnissen führen.

5.32 Alkan-Standardgemisch C10 bis C40, Lösung gleicher Konzentration in einem apolaren Lösemittel, $\rho = 1 \mu\text{g/ml}$.

5.33 Ethanol, absolut.

ANMERKUNG Die Reinheit des Ethanols kann durch Zugabe von 25 μl interner Standardlösung (5.21) zu 50 ml Ethanol und anschließend Einengen im Rotationsverdampfer überprüft werden. Der Rückstand wird in 0,2 ml *n*-Hexan gelöst und 50 μl von der Lösung werden mit HPLC-GC-FID (6.8) untersucht.

5.34 Ethanol/*n*-Hexan-Gemisch, Volumenanteil $\varphi = 50 \%$.

50 ml Ethanol (5.33) werden mit 50 ml *n*-Hexan (5.5) gemischt.

5.35 *n*-Pentacontan (*n*-C50), Reinheit $\geq 98 \%$.

5.36 *n*-Pentacontan (*n*-C50)-Lösung in Toluol, $\rho \approx 10 \mu\text{g/ml}$.

2 mg *n*-C50 (5.35) werden in einen 20-ml-Messkolben (6.22) eingewogen und bis zur Marke mit Toluol (5.8) aufgefüllt. 1 ml dieser Lösung wird erneut in einem 10 ml Messkolben (6.22) mit Toluol bis zur Marke aufgefüllt. Diese Lösungen werden bei Raumtemperatur gelagert.

ANMERKUNG 1 Pentacontan ist in Toluol bei Raumtemperatur nur eingeschränkt löslich. Allerdings muss die Konzentration der Lösung von Pentacontan nicht präzise sein, da sie nur zur Anzeige des Integrationsbereiches des Mineralöl-Peaks verwendet wird.

ANMERKUNG 2 Es ist auch möglich, handelsübliche *n*-Alkan-Gemische von C12 bis C60, die *n*-Pentadecan enthalten, zu verwenden³⁾.

5.37 Natriumcarbonat Lösung, $\rho = 0,1 \text{ g/ml}$ in Wasser (5.3).

5.38 DCM/*n*-Hexan-Gemisch

20 ml DCM (5.6) werden mit *n*-Hexan (5.5) auf 100 ml aufgefüllt. Die Lösung sollte täglich neu hergestellt werden.

5.39 Sauberes raffiniertes Sonnenblumenöl.

6 Geräte

Übliche Laborgeräte und insbesondere die folgenden. Gläsergeräte müssen vor Gebrauch gründlich gereinigt und mit *n*-Hexan (5.5) gespült oder in einem Ofen ausgeheizt werden, so dass sie frei von Verunreinigungen sind.

6.1 Zentrifuge mit Zentrifugenröhrchen.

6.2 Glassäule für die Aufreinigung, 15 cm bis 20 cm lang und 15 mm bis 20 mm Innendurchmesser.

6.3 Filter für Glassäulen.

6.4 Glasfläschchen mit Drehverschluss, Nennvolumen 40 ml.

³⁾ ASTM D5442 C12 bis C60 Qualitative Retention Time Mix ist beispielsweise erhältlich bei Supelco Cat.# 500623. Dies ist ein Beispiel für ein geeignetes handelsübliches Produkt. Diese Angabe dient nur zur Unterrichtung der Anwender dieser Europäischen Norm und bedeutet keine Anerkennung dieses genannten Produktes durch CEN. Gleichwertige Produkte dürfen verwendet werden, wenn sie nachweisbar zu den gleichen Ergebnissen führen.

6.5 Rotationsverdampfer, mit Unterdruck und Wasserbad bei 35 °C (empfohlen).

Es sollte darauf geachtet werden, Kreuzkontaminationen zu verhindern. Zwischen den Bestimmungen wird das System gründlich gereinigt.

6.6 Automatischer Verdampfer⁴⁾.

6.7 Probengefäße aus Glas, Nennvolumen 2 ml.

6.8 Hochleistungsflüssigchromatograph, gekoppelt mit einem Gaschromatographen und Flammenionisationsdetektor (HPLC-GC-FID).

6.9 Datenerfassungssystem, mit der Möglichkeit der manuellen Integration.

6.10 LC-Säule, z. B. LiChrospher Si 60⁵⁾ 5 µm (250 mm × 2 mm Innendurchmesser (i. d.)) oder gleichwertig.

Die Kieselgel-Säule muss 20 mg Fett aufnehmen können.

6.11 Unbelegte Vorsäule, z. B. Hydroguard® MXT^{®5)}, 10 m × 0,53 mm oder gleichwertig.

6.12 Kapillarsäule 1, geeignet für Temperaturen bis 350 °C.

Die Säule sollte folgende Eigenschaften haben: 100 % Dimethylpolysiloxan oder 95 % Dimethyl-5 % Phenylmethylpolysiloxan stationäre Phase, Länge 15 m, Innendurchmesser 0,32 mm oder 0,25 mm und Filmdicke 0,10 µm bis 0,15 µm oder gleichwertig.

6.13 Kapillarsäule 2, vom Transferventil zum ersten Y-Stück, Quarzglas (en: fused silica, FS) Methyl-Silikon deaktiviert (Länge 1 m, Außendurchmesser (o.d.) 0,27 mm, Innendurchmesser (i.d.) 0,1 mm).

6.14 Kapillarsäule 3, für Trägergas Wasserstoff, FS Methyl-Silikon (Länge 1 m, o.d. 360 µm, i.d. 25 µm).

6.15 Kapillarsäule 4, für Lösemitteldampfausgang, FS Methyl-Silikon (Länge 1 m, o.d. 0,68 mm, i.d. 0,53 mm).

Die Säulen in 6.13, 6.14 und 6.15 haben sich für die Untersuchung als geeignet erwiesen, können jedoch je nach HPLC-GC-Gerät und Untersuchungsbedingungen angepasst werden.

6.16 Restriktionskapillare, Transferventil und Lösemitteldampfausgang, FS unbelegt (Länge 1 m, o.d. 360 µm, i.d. 50 µm).

6.17 Mikrospritze, Kapazität 5 µl bis 100 µl, geeignet zur Injektion in der Flüssigchromatographie.

6.18 Analysenwaage, ablesbar auf 0,000 1 g.

6.19 Pasteur-Pipette, Glas.

Die Verwendung von Pasteurpipetten aus Kunststoff und von Polyethylenfolie ist zu vermeiden.

⁴⁾ Zum Beispiel, MicroDancer, IR-Dancer (z. B. Zinser) oder Syncore Analyst (Büchi). Dies sind Beispiele für geeignete handelsübliche Produkte. Diese Angabe dient nur zur Unterrichtung der Anwender dieser Europäischen Norm und bedeutet keine Anerkennung dieser Produkte durch CEN. Gleichwertige Produkte dürfen verwendet werden, wenn sie nachweisbar zu den gleichen Ergebnissen führen

⁵⁾ Dies sind Beispiele für geeignete handelsübliche Produkte. Diese Angabe dient nur zur Unterrichtung der Anwender dieser Europäischen Norm und bedeutet keine Anerkennung dieser Produkte durch CEN. Gleichwertige Produkte dürfen verwendet werden, wenn sie nachweisbar zu den gleichen Ergebnissen führen.