

Qualitätsgeprüfte Vorsäule (Retention Gap) für die Bestimmung von Mineralölkontaminationen in Lebensmitteln, Kosmetika und Verpackungsmaterialien

Diskriminierungsfreiheit von C₁₀ bis C₅₀

Verena Koospal, Lebensmittelchemikerin



Applikationsnote ASAN 2201

Qualitätsgeprüfte Retention Gap Applikationsnote ASAN 2201

Einführung

Die Analytik für die Bestimmung von Mineralölkontaminationen in Lebensmitteln, Kosmetika und Verpackungsmaterialien erfolgt mit einer Online-LC-GC-FID-Kopplung. In der HPLC werden die Substanzgruppen Gesättigte Kohlenwasserstoffe (MOSH – mineral oil saturated hydrocarbons) und aromatische Kohlenwasserstoffe (MOAH – mineral oil aromatic hydrocarbons) getrennt. Mit jeweils 450 µL Lösemittel werden die beiden Fraktionen in den GC transferiert und dort zunächst auf eine unbelegte Vorsäule, eine sogenannte Retention Gap, überführt. Über ein spezielles Interface wird der Großteil des Lösungsmittels abgedampft. Im Anschluss werden die Analyten auf die beschichtete GC-Trennsäule gebracht, nach Siedepunkt aufgetrennt und mittels FID detektiert.

GC-Säulen

- MOSH/MOAH Retention Gap:
AS-GC-4060
- MOSH/MOAH Trennsäule:
MXT-1 0.25 µm, 15 m x 0.25 mm ID
AS-RE-70120

Nach aktuellem Stand der Analytik werden MOSH und MOAH zwischen C₁₀ und C₅₀ quantifiziert [1]. Eine notwendige Diskriminierungsfreiheit im Bestimmungsbereich C₁₀ bis C₅₀ ist durch einen Alkanstandard C₁₀–C₅₀ (MOSH/MOAH-Retentionszeitstandard, AS-RE-31076) sicherzustellen. Selbst neue Retention Gaps konnten in der Vergangenheit immer wieder eine Diskriminierungsfreiheit von C₅₀ nicht gewährleisten. Daher bietet Axel Semrau exklusiv eine auf Diskriminierungsfreiheit geprüfte Retention Gap an.

Sicherstellen der Diskriminierungsfreiheit

Zur Sicherstellung der Diskriminierungsfreiheit im Bestimmungsbereich C₁₀–C₅₀ werden folgende Peakflächenverhältnisse gebildet:

- C₅₀ zu C₂₀ für den hochmolekularen Siedebereich
- C₁₀ zu C₂₀ für den niedermolekularen Siedebereich

Das Verhältnis von C₅₀ zu C₂₀ soll zwischen 0.8 und 1.2 liegen [1]. Auch die Diskriminierungsfreiheit im vorderen Siedebereich ab C₁₀ sollte durch ein Peakflächenverhältnis von C₁₀ zu C₂₀ zwischen 0.8 und 1.2 gewährleistet sein. Die Sicherstellung dieser Diskriminierungsfreiheit kann bei Anwendern eine Herausforderung darstellen, da die Ursachen unterschiedlichen Ursprungs sein können.

Ursachen der Diskriminierung von C₁₀ u.a.

- Nicht angepasste Druckeinstellungen am GC (zu starkes Abdampfen)
- Vershobenes Fraktionsfenster in der HPLC
- Undichtigkeit im System

Ursachen der Diskriminierung von C₅₀ u.a.

- (Verschmutzte) Retention Gap
- Verschmutzte FID Düsen
- Verschmutzte GC-Trennsäulen
- Nicht korrekter Einbau der GC-Säulen

In der Vergangenheit traten die Ursachen einer Diskriminierung von C₅₀ auch schon bei sachgemäßem Einbau einer neuen Retention Gap auf. Die Wiederfindungen von C₅₀ lagen dann teilweise bei weit unter 80 %.

Abbildung 1 zeigt exemplarisch den Retentionszeitstandard, der für die Sicherstellung der Diskriminierungsfreiheit verwendet wird. Die Messung weist eine starke Diskriminierung der Alkane ab C₃₅ auf. Die Wiederfindung von C₅₀ beträgt bezogen auf C₂₀ nur 10 %. In diesem Fall war eine neue Retention Gap ursächlich für die Diskriminierung.

Die durch Axel Semrau getestete Retention Gap weist Wiederfindungen von C₅₀ von mind. 80 % auf und erfüllt somit die Anforderungen an die Diskriminierungsfreiheit von C₅₀ nach [1] von 80-120 %.

Abbildung 2 zeigt den Standard auf dem vorderen GC-Kanal (MOSH). Um für beide GC-Kanäle die Diskriminierungsfreiheit zu gewährleisten, wird der Standard auch *reverse* auf dem hinteren Kanal (MOAH) vermessen (Abbildung 3). Für die Bestimmung wurde die von Axel Semrau geprüfte Retention Gap verwendet. Alle Alkane weisen vergleichbare Peakhöhen und -flächen auf.

Qualitätsgeprüfte Retention Gap Applikationsnote ASAN 2201

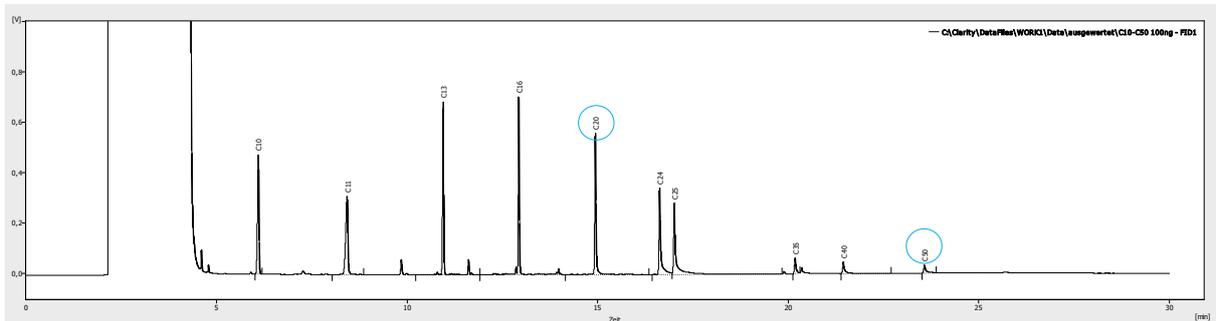


Abbildung 1: MOSH LC-GC-FID-Chromatogramm der Injektion eines Retentionszeitstandards mit den Komponenten C₁₀, C₁₁, C₁₃, C₁₆, C₂₀, C₂₄, C₂₅, C₃₅, C₄₀ und C₅₀ auf dem vorderen GC-Kanal. Die Alkane C₂₄ und C₂₅ zeigen bereits starkes Tailing. Die Alkane C₃₅, C₄₀ und C₅₀ werden sichtbar diskriminiert.

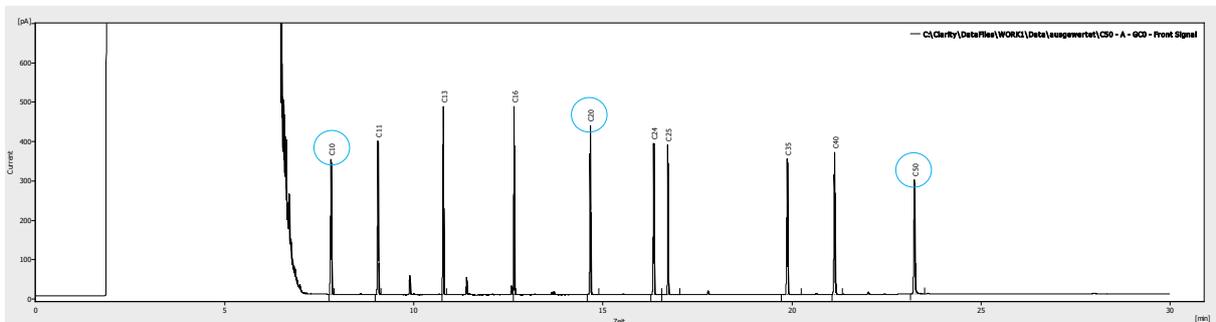


Abbildung 2: MOSH LC-GC-FID-Chromatogramm der Injektion eines Retentionszeitstandards mit den Komponenten C₁₀, C₁₁, C₁₃, C₁₆, C₂₀, C₂₄, C₂₅, C₃₅, C₄₀ und C₅₀ auf dem vorderen GC-Kanal. Alle Alkane weisen vergleichbare Peakhöhen und -flächen auf.

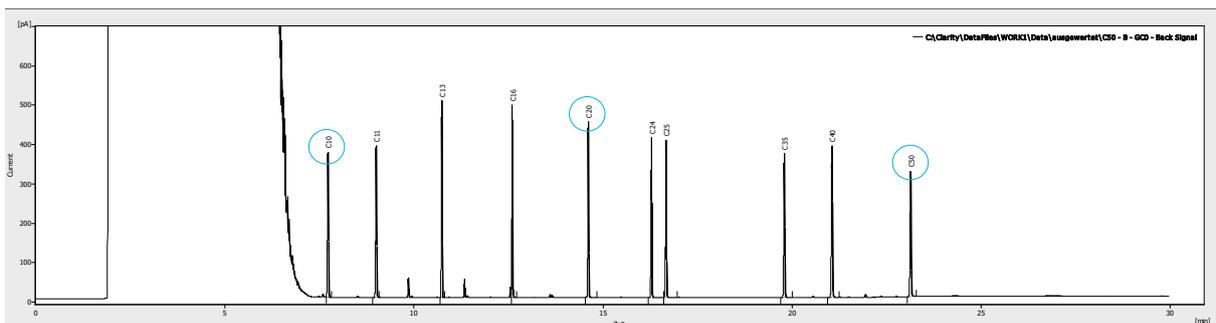


Abbildung 3: MOSH LC-GC-FID-Chromatogramm der Injektion eines Retentionszeitstandards mit den Komponenten C₁₀, C₁₁, C₁₃, C₁₆, C₂₀, C₂₄, C₂₅, C₃₅, C₄₀ und C₅₀ auf dem hinteren GC-Kanal. Alle Alkane weisen vergleichbare Peakhöhen und -flächen auf.

Tabelle 1 zeigt die Peakflächen und Peakflächenverhältnisse zu den Messungen des Standards aus Abbildung 2 (MOSH-Kanal) und Ab-

bildung 3 (MOAH-Kanal). Die Peakflächenverhältnisse liegen im Bereich von 0,95-1,01 und erfüllen somit die Anforderungen an die Diskriminierungsfreiheit nach [1] sehr gut.

Qualitätsgeprüfte Retention Gap Applikationsnote ASAN 2201

Tabelle 1: Bestimmung der Peakflächenverhältnisse C_{10} zu C_{20} und C_{50} zu C_{20} im Retentionszeitstandard zu den Messungen in Abbildung 2 und 3. Die Anforderungen an die Diskriminierungsfreiheit nach [1] sind erfüllt.

GC-Kanal	Peakflächen			Peakflächenverhältnis	
	C_{10}	C_{20}	C_{50}	C_{10} zu C_{20}	C_{50} zu C_{20}
MOSH	655,685	653,94	623,674	1,00	0,95
MOAH	672,541	667,133	645,298	1,01	0,97

Zusammenfassung

Durch die interne Qualitätsprüfung der exklusiv bei Axel Semrau erhältlichen Retention Gap werden die Anforderungen an die Diskriminierungsfreiheit von C_{50} und C_{10} sichergestellt. Eine Diskriminierung verursacht durch eine neue Retention Gap kann durch die interne umfassende Qualitätsprüfung ausgeschlossen

werden. Die qualitätsgeprüfte Retention Gap hat sich bei einer Vielzahl an Anwendern bereits in der Routine bewährt. Sollten dennoch bei Einbau einer neuen Retention Gap wiedererwartend Probleme hinsichtlich der Diskriminierung auftreten, kann diese kostenneutral umgetauscht werden

Literatur

- [1] Bratinova, S. and Hoekstra, E., Guidance on sampling, analysis and data reporting for the monitoring of mineral oil hydrocarbons in food and food contact materials, EUR 29666 EN, Publications Office of the European Union, Luxembourg, 2019, ISBN 978-92-76-00172-0, doi:10.2760/208879, JRC115694.

Die Qualitätsprüfung der
Retention Gap ist eine
Entwicklung von Axel Semrau.

Technische Änderungen vorbehalten

Axel Semrau GmbH & Co. KG
Part of the Trajan Family
Stefansbecke 42
45549 Sprockhövel
Tel.: 02339 / 12090
www.axelsemrau.de
info@axelsemrau.de