

# **Bestimmung von Kohlenwasserstoffen aus Mineralöl (MOSH und MOAH) oder Kunststoffen (POSH, PAO) in Verpackungsmaterialien und trockenen Lebensmitteln mittels Festphasenextraktion und GC-FID**

*Hinweis:*

*Diese Analysenmethode wurde für die Bestimmung von Mineralöl Kohlenwasserstoffen im Bereich der Lebensmittelkontaktmaterialien entwickelt und etabliert. Die in diesem Dokument angeführten Daten wurden in Zusammenarbeit zwischen dem Kantonalen Labor Zürich (KLZH) und dem Nationalen Referenzlabor „für Stoffe, die dazu bestimmt sind mit Lebensmittel in Berührung kommen“ im Bundesinstitut für Risikobewertung (BfR) erstellt.*

*Die in diesem Dokument vorgeschlagenen Integrationsschnitte für die MOSH- und MOAH-Chromatogramme bis n-C25 stellt keinen Vorgriff auf geplante gesetzliche Regelungen zu Mineralölübergängen aus Recyclingpapier und -karton auf Lebensmittel dar und hat keinen Einfluss auf die Methodenentwicklung.*

## 1. Definitionen

Folgende Kohlenwasserstoffe können im Rahmen dieser Prüfvorschrift analytisch erfasst werden.

- **Mineral oil saturated hydrocarbons (MOSH):** gesättigte Kohlenwasserstoffe aus Mineralöl. Diese bestehen aus Paraffinen (offenkettigen Kohlenwasserstoffen) sowie Naphthenen (cyclischen Kohlenwasserstoffen), die meistens hoch alkyliert sind und entweder direkt aus dem Erdöl stammen oder durch die Hydrierung von Aromaten sowie weiteren Umwandlungsprozessen bei der Raffination gebildet wurden.
- **Polyolefin oligomeric saturated hydrocarbons (POSH),** gesättigte Kohlenwasserstoffe, welche als Oligomere aus Polyolefinen (z.B. Polyethylen, Polypropylen) und verwandten Produkten in Lebensmittel übergehen können.
- **Poly Alpha Olefine (PAO),** Isoparaffine mit kurzen Haupt- und langen Seitenketten. Ausgangssubstanzen sind entweder kurzkettige Polyethylene (z.B. Hexen oder Octen) oder olefinische Fraktionen, die aus dem Steam-Cracking-Verfahren gewonnen und destillativ in relativ enge Flüchtigkeitsbereiche getrennt werden. Niedrig molekulare PAOs sind beispielsweise Hauptbestandteil synthetischer Motorenschmieröle oder von im Lebensmittelbereich eingesetzten Schmierölen; höher molekulare PAOs (Harze) werden für Kleber eingesetzt (z.B. Hotmelts).

**ANMERKUNG: Mit dem in dieser Prüfvorschrift beschriebenen analytischen Verfahren ist keine zuverlässige chromatographische Trennung von MOSH, POSH und PAO möglich.**

- **Mineral oil aromatic hydrocarbons (MOAH),** Kohlenwasserstoffe aus Mineralöl, die aus hoch alkylierten mono- und/oder polyaromatischen Ringen bestehen. In teilhydrierten Mineralölen kommen auch gesättigte und aromatische Ringe nebeneinander vor. Kohlenwasserstoffe mit mindestens einem aromatischen Ring werden den MOAH zugerechnet auch wenn sie zum weit überwiegenden Teil aus gesättigten Kohlenstoffen bestehen.

## 2. Prinzip

Diese Methode beschreibt die Extraktion, Vortrennung und quantitative Bestimmung von Kohlenwasserstoffen aus Mineralölen (MOSH und MOAH) sowie Kunststoffen (POSH, PAO) in Verpackungsmaterialien und trockenen Lebensmitteln. Nach der Extraktion der Kohlenwasserstoffe wird die Trennung der MOSH, POSH und PAO enthaltenden Fraktion

von der MOAH enthaltenden Fraktion an einer Silbernitrat/Kieselgel-Festphasenextraktions-Kartusche durchgeführt.

Die abschließende quantitative Bestimmung der beiden Fraktionen erfolgt mit GC-FID und großvolumiger on-column Injektion.

### 3. Reagenzien und Geräte

#### 3.1 Analytische Standardverbindungen

Substanz	CAS Nr.	Abkürzung	Fraktion
n-Undekan	1120-21-4	n-C11	MOSH, POSH, POA
n-Tridekan	629-50-5	n-C13	
Bicyclohexyl	92-51-3	Cycy	
5 $\alpha$ -Cholestan	481-21-0	Cho	
1-Methylnaphthalin	90-12-0	1 MN	MOAH
2-Methylnaphthalin	91-57-6	2 MN	
1,3,5-Tri-tert-butylbenzol	1460-02-2	TBB	
Perylen	198-55-0	PER	
Pentylbenzol	538-68-1	5 B	

#### 3.2 Chemikalien

- Aceton
- Dest. Wasser
- Dichlormethan
- Hexan
- Kieselgel 60 (0,063-0,200 mm), Merck, ca. 300 g in 20 cm Kristallisierschale im Muffelofen 24 Stunden bei 400 °C ausgeheizt
- Silbernitrat (zur Analyse), Merck
- Toluol

#### 3.3 Geräte und Hilfsmittel

- 500 mL Glas-Flasche
- 60 - 70 mL Glasröhrchen mit Schraubverschluss (PTFE – Septum)
- Aluminiumfolie
- Braunglas GC-Glasfläschchen mit Glas Inserts mit Deckel aus PTFE-Septum

- Diverse Spatel und Trichter
- Gaschromatograph mit on-column Injektor (oder PTV Injektor mit on-column Einsatz) und FID
- Glas Pasteurpipetten
- Glasfaserfilter
- Glaskartusche für die Festphasenextraktion (z.B. von 15 mL Glasspritzen)
- Glasmesspipetten; diverse Volumina
- Glas-Spritze: 10  $\mu$ L und 0,5 mL,
- Glasvollpipetten; diverse Volumina
- Laborzentrifuge (5000 U/Min.)
- Messkolben 10 mL; 20 mL
- Mühle (mit Metallgefäß und -deckel)
- Pipettierhilfe mit Filter
- Präzisionswaage, Analysenwaage
- Reagenzgläser mit Schliff
- Spitzkolben 10 mL; 25 mL
- Thermometer
- Trockenschrank (Maximale Temperatur 400 °C)
- Vakuum Rotationsverdampfer

### **3.4 Minimierung und Kontrolle von Kohlenwasserstoff Blindwerten**

Es müssen sämtliche Arbeitsschritte auf mögliche Kontaminationen überprüft werden. Arbeitstäglich müssen Chemikalienblindwerte in der Routine mitgeführt werden. Damit soll sichergestellt werden, dass bei der Aufarbeitung der Proben keine Kontamination auftritt. Als kritische Punkte in der Analytik von Kohlenwasserstoffen sind u. a. die Nutzung von Handcremen (Laborpersonal), Schliiffetten, Rotationsverdampfer und Spritzen zu nennen. Diverse Laborglaswaren (z.B. GC Glasfläschchen oder Pasteurpipetten) werden häufig in Kartonverpackungen oder Polyolefin-Folien geliefert. Daher müssen derart verpackte Laborglaswaren vor Gebrauch möglicherweise ausgeheizt werden.

Zum Testen von Glaswaren kann mit dem gleichen Lösungsmittel eine Serie (z.B. Fläschchen oder Pipetten) mit dem gleichen Lösungsmittel gespült werden. Damit verbessert sich der Nachweis und verunreinigte Einzelstücke werden eher erfasst.

Es muss sichergestellt werden, dass bereits ausgeheizte Laborglaswaren bis zu deren Gebrauch vor einer erneuten Kontamination durch Kohlenwasserstoffen geschützt (z.B. in Aluminiumfolie verpackt) aufbewahrt werden.

Doppelbestimmungen sollten nicht gleichzeitig aufgearbeitet werden, sondern in zwei verschiedenen Serien, um eine identische Kontamination möglichst auszuschließen. Eine weitere Möglichkeit, Laborglaswaren frei von Blindwerten zu bekommen ist das Spülen dieser nach folgendem Schema:

Erster Spülschritt: Aceton/ Wasser (9/1; V/V)  
Zweiter Spülschritt: Aceton  
Dritter Spülschritt: Hexan

Das so vorbereitete Laborglas wird in Bechergläsern mit ausgereizter Alufolie bedeckt aufbewahrt.

### **3.5 Standardlösungen**

#### **3.5.1 Herstellung von Stammlösungen**

##### **3.5.1.1 Stammlösung A**

Es werden jeweils exakt 120 mg n-Undecan und 60 mg n-Tridecan in einen 20 mL Messkolben eingewogen, in Toluol gelöst und bis zur Markierung aufgefüllt.

##### **3.5.1.2 Stammlösung B**

Es werden exakt 120 mg 5 $\alpha$ -Cholestan in einen 10 mL Messkolben eingewogen, in Toluol gelöst und bis zur Markierung aufgefüllt.

##### **3.5.1.3 Stammlösung C**

Es werden exakt 120 mg Bicyclohexyl in einen 20 mL Messkolben eingewogen, in Toluol gelöst und bis zur Markierung aufgefüllt.

##### **3.5.1.4 Stammlösung D**

Es werden jeweils exakt 120 mg 1-Methylnaphthalin, 2-Methylnaphthalin und Pentylbenzol in einen 20 mL Messkolben eingewogen, in Toluol gelöst und bis zur Markierung aufgefüllt.

##### **3.5.1.5 Stammlösung E**

Es werden exakt 120 mg TBB in einen 20 mL Messkolben eingewogen, in Toluol gelöst und bis zur Markierung aufgefüllt.

##### **3.5.1.6 Stammlösung F**

Es werden exakt 24 mg Perylen in einen 20 mL Messkolben eingewogen, in Toluol gelöst und bis zur Markierung aufgefüllt.

### **3.5.2 Herstellung der Internen Standard – Mischung**

Zunächst werden exakt 5 mL der Stammlösung F (Punkt 3.5.1.6) in einem 10 mL Messkolben vorgelegt. Anschließend werden jeweils exakt 0,5 mL der Stammlösungen A bis E (Punkt 3.5.1.1 bis 3.5.1.5) in denselben Messkolben pipettiert und mit Toluol aufgefüllt (zwischen den jeweiligen Stammlösungen muss die Glas - Spritze fünfmalig mit Toluol gut gespült werden!).

*ANMERKUNG 1: Unter Berücksichtigung einer trockenen gekühlten Lagerung und unter Lichtausschluss ist die derart hergestellte Lösung 6 Monate haltbar.*

### **3.6 Lösungsmittel für die Extraktion von Proben**

#### **3.6.1 Extraktionslösungsmittel für Papier- und Kartonproben**

Es wird eine Lösung aus Ethanol und Hexan in einem Mischungsverhältnis von 1:1 (v/v) hergestellt.

#### **3.6.2 Extraktionslösungsmittel für Lebensmittelproben**

Für die Extraktion der Lebensmittelproben wird Hexan genutzt.

### **3.7 Lösungsmittel für die Elution der Mineralölfractionen**

#### **3.7.1 Elutionslösung für die Festphasenextraktion (Eluent A)**

Hexan wird als Eluent A für die Konditionierung der Festphasen-Kartusche und der Elution der MOSH Fraktion herangezogen.

#### **3.7.2 Elutionslösung für die Festphasenextraktion (Eluent B)**

Es werden jeweils mit einer Glasvollpipette 20 mL Dichlormethan und 5 mL Toluol in einem 100 mL Messzylinder pipettiert und anschließend mit Hexan aufgefüllt.

Diese Elutionslösung muss arbeitstäglich frisch hergestellt werden.

Eluent B wird für die Elution der MOAH Fraktion herangezogen.

#### **3.7.3 Herstellung der 0,3 % Silbernitrat/Kieselgel-Mischung**

Für die Packung der 0,3 % Silbernitrat/Kieselgel-Säule wird eine Mischung von hoch aktiviertem Kieselgel mit Silbernitrat-belegtem Kieselgel benötigt. Dafür wird eine Mischung von 66 g bei 400 °C ausgeheiztem Kieselgel mit 33 g einer 1 %igen Silbernitrat/Kieselgel-Mischung (Punkt 3.7.4) in einer 500 mL Glasflasche (mit Alufolie abgedunkelt!) an einem Überkopfschüttler für 12 Stunden gemischt.

### **3.7.4 Belegung von Kieselgel mit 1 % Silbernitrat**

Es werden 0,5 g Silbernitrat in 50 mL destillierten Wasser gelöst. Diese Lösung wird in einen Rundkolben geben (wegen der Lichtempfindlichkeit von Silbernitrat mit Aluminiumfolie eingehüllt oder aus Braunglas), welcher 49,5 g Kieselgel enthält. Das Wasser wird in einem Trockenschrank zunächst für eine Stunde bei 70 °C, eine Stunde bei 80°C und abschließend für 12 Stunden bei 90 °C abgedampft (nach dieser Trocknung muss das Kieselgel vollständig trocken sein!).

*ANMERKUNG 1: Unter Berücksichtigung einer trockenen Lagerung bei Raumtemperatur und unter Lichtausschluss ist das Kieselgel mit 1 % Silbernitrat 1 Jahr haltbar, die 0,3 %ige Silbernitrat/Kieselgel-Mischung wegen der beschränkten Haltbarkeit des aktivierten Kieselgels ca. 2 Wochen.*

## **4. Durchführung**

### **4.1 Probenvorbereitung und Probenaufarbeitung**

#### **4.1.1 Papier und Karton**

Ein repräsentativer Anteil der Papier- oder Kartonprobe muss zerkleinert (Schneiden mit einer Schere verringert hier den Hautkontakt) werden. Die resultierenden Papier- oder Kartonstücke sollen dabei eine Kantenlänge kleiner 2 cm aufweisen. Die so vorbereitete Probe muss anschließend in einem geeignet inertem Glas- oder Metallgefäß homogenisiert werden. Aus Kartonverpackungen (z.B. Schachteln) sollte die Probe derart herausgeschnitten werden, dass keine Kleberanteile (z.B. Hotmelt-Kleber) enthalten sind. Die aus den Klebern stammenden Kohlenwasserstoffe hoher Molekularmasse können die gaschromatographische Bestimmung empfindlich stören.

Aus den derart homogenisierten Proben werden 2 g Papier- oder Karton auf  $\pm 0,1$  g genau in ein 70 mL Glasgefäß mit Schraubdeckel (mit PTFE-Dichtung) eingewogen. Darauf werden 20  $\mu$ L der internen Standard-Mischung (Punkt 3.5.2) pipettiert. Anschließend werden 10 mL Ethanol/Hexan (1:1; v/v) (Punkt 3.6.1) zugeben und gut geschüttelt. Dieses Gemisch wird für zwei Stunden bei Raumtemperatur stehen gelassen. Vor der Entnahme der Extraktionslösung wird das Glasgefäß nochmals gut geschüttelt. Anschließend werden ca. 4 mL Extrakt entnommen und mit ca. 10 mL Wasser geschüttelt, um das Ethanol abzutrennen. Ein aliquoter Anteil der oberstehenden Hexanphase wird für die Trennung an der Festphasenextraktionskartusche abgenommen.

#### **4.1.2 Trockene Lebensmittel**

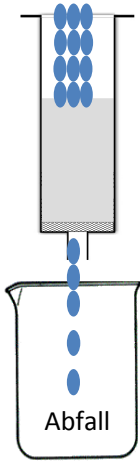
Die gesamte Lebensmittelprobe muss in einem inerten Glas- oder Metallgefäß homogenisiert werden. Wenn die Zusammensetzung der Lebensmittelproben (z.B. Teigwaren, Gebäck, Cerealien, Schokolade) es erfordert, muss ein aliquoter Anteil der Probe zunächst zermahlen werden. Anschließend werden 10 g ( $\pm 0,1$  g) homogenisierte Probe genau in ein Zentrifugenglas mit Schraubdeckel (mit PTFE-Dichtung) eingewogen. Nach Zugabe von 10  $\mu$ L interner Standard-Mischung (Punkt 3.5.2) werden 10 mL Hexan zugeben. Die Probe wird intensiv geschüttelt und anschließend für zwölf Stunden stehen gelassen. Bevor der Extrakt entnommen wird, wird sie nochmals intensiv geschüttelt. Zur Abtrennung wird sie stehen gelassen oder zentrifugiert. Ein aliquoter Anteil der überstehenden Hexanphase wird für die Trennung an der Festphasenextraktionskartusche abgenommen.

#### **4.2 Durchführung der Festphasenextraktion**

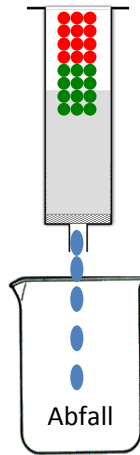
Zunächst wird eine passende Glasfaserfritte in die Glaskartusche (Chromatographiesäule) eingebracht (alternativ kann ausgeheizte Glaswatte herangezogen werden). Anschließend wird diese für 24 Stunden bei 400 °C im Trockenschrank ausgeheizt. Die Glaskartusche wird in ein hohes, mit Aluminiumfolie ausgelegtes Becherglas gestellt und mit exakt 3 g der 0,3 %igen Silbernitrat/Kieselgel-Mischung (Punkt 3.7.3) befüllt, das leicht festgeklopft wird. Die Arbeitsschritte der chromatographischen Festphasenextraktion zu Trennung der MOSH- von der MOAH enthaltenden Fraktion sind in der nachfolgenden Abbildung dargestellt.



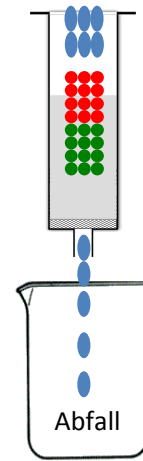
1. Schritt  
**Konditionierung**  
10 mL Eluent A  
(ggf. 2 x 5 mL)



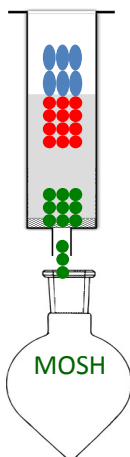
2. Schritt  
**Probenaufgabe**  
1 mL Lebensmittelextrakt  
0,2 mL Kartonextrakt



3. Schritt  
**Elution des Totvolumens**  
2 mL Eluent A

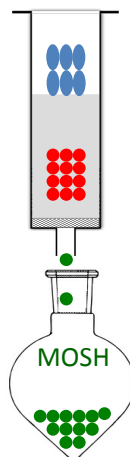


4. Schritt  
**Anfang MOSH Fraktion**  
4 mL Eluent A



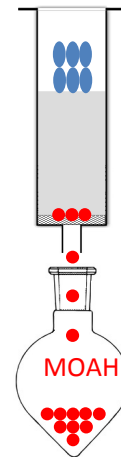
10 mL Spitzkolben

5. Schritt  
**Ende MOSH Fraktion**  
2 mL Eluent B



10 mL Spitzkolben

6. Schritt  
**Elution der MOAH Fraktion**  
12 mL Eluent B  
(ggf. auch 2 x 6 mL)



25 mL Spitzkolben

### 4.3 Anreichern der MOSH- bzw. MOAH-Fraktion an einem Vakuum-Rotationsverdampfer

Der MOSH Fraktion wird 270 µL Toluol zugesetzt, das zuvor an einer 0,3 % Silbernitrat/Kieselgel-Kartusche aufgereinigt wurde. Dann werden die MOSH- und die MOAH-Fraktion an einem Vakuum-Rotationsverdampfer auf ein Volumen von 250-300 µL eingengt.

Folgende Bedingungen haben sich für ein Wasserbad bei 55 °C bewährt:

	Zeit [Minuten]	Vakuum [mbar]
1. Schritt	3,0	520 – 530
2. Schritt	3 – 4	350 – 360

*Diese Einstellungen sind bei jedem Vakuum-Rotationsverdampfer zu prüfen und gegebenenfalls neu festzulegen.*

Damit beim Abbruch der Verdampfung kein Rekondensat in die Probe zurück fließt, wird ein PTFE- oder Glasrohr empfohlen, das von der Belüftung bis knapp über den Spitzkolben führt.

Arbeitstäglich wird der Rotationsverdampfer durch Eindampfen von Hexan gereinigt. Darauf wird der Blindwert überprüft, ausgehend von einem mit 6 mL Hexan und 270 µL Toluol befüllten Spitzkolben.

Die jeweils auf ein Endvolumen von 250 µL bis 300 µL eingengten MOSH- und MOAH Fraktionen werden mit einer ausgeheizten Glas Pasteurpipette in die GC-Glasfläschchen überführt. Nötigenfalls können diese Proben in einem Tiefkühlschrank zwischengelagert werden.

### 4.4 Messbedingungen am Gaschromatographen

#### 4.4.1 Chromatographische Bedingungen

Start Temperatur: 75 °C

Isotherme Zeit: 9,0 Minuten

Temperaturprogramm:

Rate	Temperatur	Isotherme Zeit
22 °C/min	240 °C	0,0 min
30 °C/min	380 °C	12,0 min

Injektor: Cool on-column

Injektionsvolumen: 40 µL

Injektionsgeschwindigkeit: slow

Eingangsdruck: 60 kPa für 4 Minuten; anschließend 35 kPa konstant.

Trägergas: Wasserstoff

Modus: Ramp Pressure

#### 4.4.2 Trennsystem

### **Unbelegte Vorsäule**

Rohes oder desaktiviertes Fused silica  
Länge : 7 m  
Innendurchmesser: 0,53 mm

### **Trennsäule**

Stationäre Phase: 100% Dimethylpolysiloxan  
Länge : 10-15 m  
Innendurchmesser: 320 µm  
Filmdicke; 0,1 µm  
Eingangs Durchfluss: 2,8 mL/min  
Mittlere Geschwindigkeit: 66 cm/sec

Einstellungen am Detektor (FID):

Temperatur: 375 °C  
Wasserstoff: 40 mL/min  
Luft-Durchfluss: 450 mL/min  
Durchfluss- Modus: konstant Makeup  
Makeup- Durchfluss: 45 mL/min  
Makeup Gas: Stickstoff

*ANMERKUNG 1: Die unbelegte Vorsäule muss geringe Retentionskraft aufweisen, d.h. darf bei erhöhter Elutionstemperatur keine Peakverbreiterung verursachen (z.B. für eine Serie von Alkanen).*

*ANERKUNG 2: Temperaturbeständige Trennsäulen mit geringem Säulenbluten sollten bevorzugt werden.*

### **4.4.3 Datensystem**

Software für die Auswertung:

- Integration der Fläche von breiten Peakhaufen mit senkrechten Schnitten
- Abzug von überstehenden Signalen durch manuell eingefügte Schnitte
- Kompensation von Basisliniendrifts
- Freies Festlegen einer Basislinie.

### **4.4.4 Durchführung der Messung**

Die Blindproben, Probenextrakte, Kohlenwasserstoff-Standardlösungen und Kontrolllösungen werden unter identischen gaschromatographischen Bedingungen gemessen.

Eine der Proben entsprechende Lösungsmittelmischung (Hexan/Toluol) ist in jeder Probenreihe zu analysieren. Das resultierende Chromatogramm wird zur Korrektur der

Chromatogramme der Blindwertprobe, der Probenextrakte, der Kalibrierstandards und der Kontrolllösungen hinsichtlich des Säulenblutens vor der Integration verwendet.

## **5. Qualitätskontrolle**

### **5.1.1 Interne Standards**

Die eingesetzten internen Standards haben zwei Funktionen: Die einen dienen der Messung der Kohlenwasserstoffe, die anderen der Absicherung der hier beschriebenen Methode.

#### **5.1.1.1 MOSH und POSH Fraktion**

Folgende Standards sind für die MOSH- und POSH-Fraktion relevant:

- Bicyclohexyl (Cycy) dient als eigentlicher interner Standard. Es kommt in Mineralölen und Kunststoffen kaum in relevanten Mengen vor.
- n-Tridekan (n-C13) soll die Trennung zwischen n-C13 und Cycy absichern. Coeluiertes n-C13 aus der Probe würde überhöhte Cycy-Peakflächen und damit zu tiefe Ergebnisse erzeugen. Diese Trennung ist auf Polysiloxanen mit 5 % Phenylsubstitution unvollständig. Zudem hilft n-C13 der sicheren Erkennung von Cycy als internem Standard, da Cycy und n-C13 als charakteristisches Paar erscheinen. n-C13 wird in halber Konzentration zugefügt, damit die Signale nicht verwechselt werden können.
- Das noch flüchtigere n-Tridekan (n-C11) dient als "Wächter": Bei Abdampfverlusten in der Probenaufarbeitung oder bei der Einspritzung ist davon auszugehen, dass n-C11 in höherem Ausmaß verloren geht als Cycy. Die Peakfläche von n-C11 soll also gegenüber Cycy nicht signifikant reduziert sein. Wenn die Fläche von Cycy größer ist als jene von n-C11, kann dies aber auch auf eine Coelution von Cycy mit einer probeneigenen Substanz zurückzuführen sein.
- In Proben mit geringer Belastung im Bereich von n-C28 steht auch Cholestan (Cho) als Vergleich zur Verfügung. Cho dient aber vor allem der Absicherung der MOSH/MOAH-Trennung.

#### **5.1.1.2 MOAH-Fraktion**

Folgende Standards sind für die MOAH-Fraktion relevant:

- 1- und 2-Methylnaphthalin (1-MN und 2-MN) werden als eigentlich interne Standards mit gleicher Konzentration zugesetzt. Sie werden als Paar eluiert und sind damit leicht zu erkennen, auch wenn die Retentionszeiten wegen ggf. variablen Toluolanteilen in der eingespritzten Lösung geringfügig schwanken können. Die beiden Peaks sollen die gleiche Fläche aufweisen. Andernfalls zeigt das größere Signal Coelution mit einer Probenkomponente an, d.h. das kleinere Signal wird für die Auswertung verwendet.
- Pentylbenzol (5B) wird als Wächter für Verluste von flüchtigen Komponenten eingesetzt (analog n-C11).
- Tri-tert. Butylbenzol (TBB) wird zur Absicherung der MOSH/MOAH-Trennung in der Festphasenextraktion eingesetzt (Anfang der MOAH-Fraktion).

- Perylen markiert den Abschluss der MOAH-Fraktion und überwacht damit die Retentionskraft der Flüssigchromatographie.

### 5.1.2 Qualitätskontrollprobe

Für die analytische Qualitätskontrolle soll eine Kontrolllösung verwendet werden, die willkürlich während der Analyse der Probenserie eingeschoben wird. Die Ergebnisse werden z.B. auf einer Kontrollkarte festgehalten. Zusätzlich wird in regelmäßigen Abständen die Analyse geeigneter geprüfter Bezugssubstanzen oder interner Kontrollproben empfohlen.

## 6. Integration der Chromatogramme

Ein großer Teil der Integration muss manuell vorgenommen werden (z.B. Festlegung der Basislinie; Integration aufsitrender Signale, die abgezogen werden müssen). Dies erfolgt über folgende Schritte:

1. Basislinie aus einem Blindwert-Chromatogramm in das aktuelle Chromatogramm legen (manuell oder mittels Auswertesoftware). Idealerweise kann eine horizontale Linie auf den tiefsten Punkt im Chromatogramm gelegt werden, entweder vor oder nach der Elution der MOSH/MOAH Fraktion.
2. Festlegung der Integrations-Schnitte für die Molekularmassenbereiche:
  - a. MOSH/POSH Chromatogramm
    - i. Von n-C10 (Peakstart) bis n-C16 (Peakende)
    - ii. Verpackungsmaterial: von n-C16 (Peakende) bis einschließlich n-C25 (Peakende);  
Lebensmittel: von n-C16 (Peakende) bis einschließlich n-C25 (Peakende)
    - iii. Verpackungsmaterial: von n-C25 bis n-C35
  - b. MOAH Chromatogramm
    - i. Verpackungsmaterial: von n-C10 (Peakstart) bis einschließlich n-C25 (Peakende) (Retentionszeiten aus dem MOSH-Chromatogramm)
    - ii. Lebensmittel: von n-C10 bis einschließlich n-C25 (Peakende)
    - iii. Verpackungsmaterial: von n-C25 bis n-C35
3. Gesamtflächen dieser Molekularmassenbereiche integrieren.
4. Natürlich in Lebensmitteln vorkommende Anteile und die nicht den MOAH zuzurechnenden Komponenten in der MOAH-Fraktion (z.B. Diisopropyl-naphthalin; DIPN) als Aufsetzer integrieren und von der Gesamtfläche abziehen.
5. Zugefügte Standards identifizieren, integrieren und von der integrierten Gesamtfläche subtrahieren. Dabei sollte eine Verifizierung durchgeführt werden (Vergleich der Flächen der Standards).
6. Die integrierten Flächen werden über den internen Standard quantifiziert. Da für alle MOSH/POSH und MOAH annähernd gleiche FID Response pro Masse und eine lineare Response zu Grunde gelegt wird, (dies muss für den jeweiligen GC-FID mittels Kalibrierung verifiziert werden) werden für die Berechnung keine Responsefaktoren herangezogen.

*ANMERKUNG 1: Alle Chromatogramme sollten visuell auf korrekte Integration überprüft werden. Die Schnitte der Integration sollten aus dem Chromatogramm ersichtlich sein.*

## 7. Berechnung und Auswertung

### 7.1 Berechnung in Karton und Papier

Interner Standard	(Kapitel 3.5.2)	20,0 µl
Einwaage Probe	(Kapitel 4.1.1)	2,00 g

6,00 µg Interner Standard mit 2,00 g Karton oder Papier entspricht 3,00 ppm

Interner Standard MOAH: z. B. 1-MN MOSH: Cycy

$$\text{Konz. Papier}_{\text{MOSH oder MOAH}} (\text{ppm}) = \frac{(\text{Fläche}_{\text{MOSH oder MOAH}} \cdot 3 \text{ ppm})}{\text{Fläche}_{\text{Interner-Standard}}}$$

### 7.2 Berechnung im Lebensmittel

Interner Standard	(Kapitel 3.5.2)	10,0 µl
Einwaage Probe	(Kapitel 4.1.2)	10,0 g

3,00 µg Internal Standard within 10,0 g food equates to 0,300 ppm

Interner Standard MOAH: z. B. 1-MN MOSH: Cycy

$$\text{Konz. Lebensmittel}_{\text{MOSH oder MOAH}} (\text{ppm}) = \frac{(\text{Fläche}_{\text{MOSH oder MOAH}} \cdot 0,3 \text{ ppm})}{\text{Fläche}_{\text{Interner-Standard}}}$$

## 8. Prüfbericht

Der Prüfbericht muss mindestens die folgenden Angaben enthalten:

- Hinweis auf die angewandten Verfahren für Extraktion und Aufreinigung
- Vollständige Charakterisierung der Probe
- Ergebnisse der Bestimmung
- Hinweis auf das Auftreten von niedrigen und oder hoch siedenden Verbindungen im Chromatogramm
- Alle Angaben die nicht in diesem Dokument festgelegt sind bzw. wahlfrei sind, sowie alle Umstände, die die Ergebnisse beeinflusst haben könnten.