

**Pré-colonne (Retention Gap) de qualité testée pour  
la détermination de la contamination par les huiles  
minérales des aliments, des cosmétiques et des  
matériaux d'emballage**  
Non-discrimination de C10 à C50



**Note d'application 146**

## Introduction

L'analyse de la contamination par les huiles minérales des aliments, des cosmétiques et des matériaux d'emballage est réalisée avec un couplage LC-GC-FID en ligne. Dans l'HPLC, les groupes des substances que sont les hydrocarbures saturés d'huile minérale (MOSH) et les hydrocarbures aromatiques d'huile minérale (MOAH) sont séparés. Les deux fractions de 450 µL chacune sont transférées vers le GC, où elles sont d'abord acheminées vers une pré-colonne vide, appelée « Retention Gap ». La majeure partie du solvant est évaporée via une interface spéciale. Ensuite, les analytes sont transférés dans la colonne de séparation GC, séparés en fonction du point d'ébullition et détectés au moyen d'un FID.

### Colonnes GC

- Retention Gap MOSH/MOAH : AS-GC-4060
- Colonne de séparation MOSH/MOAH : MXT-1 0,25 µm, 15 m x 0,25 mm IDAS-RE70120

Selon la méthode actuelle, les MOSH et les MOAH sont quantifiés entre C10 et C50 [1]. L'absence nécessaire de discrimination dans la plage de détermination C10 à C50 doit être assurée par un étalon d'alcane C10-C50 (étalon de temps de rétention MOSH/MOAH, AS-RE31076). Dans le passé, certaines pré-colonnes Retention Gaps ne permettaient pas de garantir l'absence de discrimination pour les C50. C'est pourquoi, Axel Semrau propose exclusivement une pré-colonne Retention Gap testée pour l'absence de discrimination.

## Garantir l'absence de discrimination

Pour garantir l'absence de discrimination dans la plage de détermination C10-C50, les ratios suivants entre les aires des pics sont calculés :

- C50 à C20 pour une plage d'ébullition de poids moléculaire élevé
- C10 à C20 pour la plage d'ébullition à faible poids moléculaire

Le rapport entre les C50 et les C20 doit être compris entre 0,8 et 1,2 [1]. L'absence de discrimination dans la gamme d'ébullition avant C10 doit également être contrôlée par un rapport d'aire de pic de C10 à C20 compris entre 0,8 et 1,2.

### Les causes de discrimination à partir de C10 peuvent être

- Réglages de pression sur le GC non ajustés (trop d'évaporation)
- Fenêtre de fractionnement décalée en HPLC
- Fuite dans le système

### Les causes de discrimination à partir de C50 peuvent être

- La pré-colonne Retention Gap
- Buses FID sales
- Colonnes de séparation GC
- Installation incorrecte des colonnes GC

Dans le passé, la discrimination des C50 se produisait même lorsqu'une nouvelle pré-colonne Retention Gap était correctement installée. Le taux de récupération des C50 était parfois inférieur à 80 %. La figure 1 montre un exemple d'étalon de temps de rétention utilisé pour garantir l'absence de discrimination. La mesure montre une forte discrimination des alcanes à partir de C35. La récupération des C50 n'est que de 10 % par rapport aux C20. Dans ce cas, la pré-colonne de Retention Gap est à l'origine de la discrimination.

La pré-colonne Retention Gap testée par Axel Semrau montre des taux de récupération des C50 d'au moins 80 % et remplit donc les exigences de non-discrimination des C50 selon [1] : 80-120 %. La figure 2 montre l'étalon sur la voie avant du GC (MOSH). Pour garantir l'absence de discrimination pour les deux voies GC, l'étalon est également mesuré sur la voie arrière (MOAH) (figure 3). Tous les alcanes présentent des hauteurs de pic et des aires comparables.

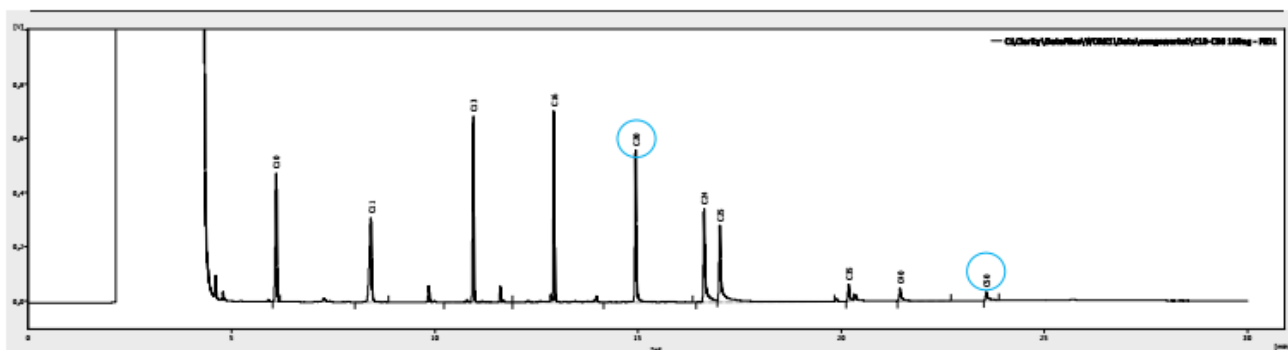


Figure 1 - Chromatogramme LC-GC-FID de MOSH de l'injection d'un étalon de temps de rétention avec les composants C10, C11, C13, C16, C20, C24, C25, C35, C40 et C50 sur la voie GC avant. Les alcanes C24 et C25 montrent déjà une forte traînée. Les alcanes C35, C40 et C50 sont visiblement discriminés.

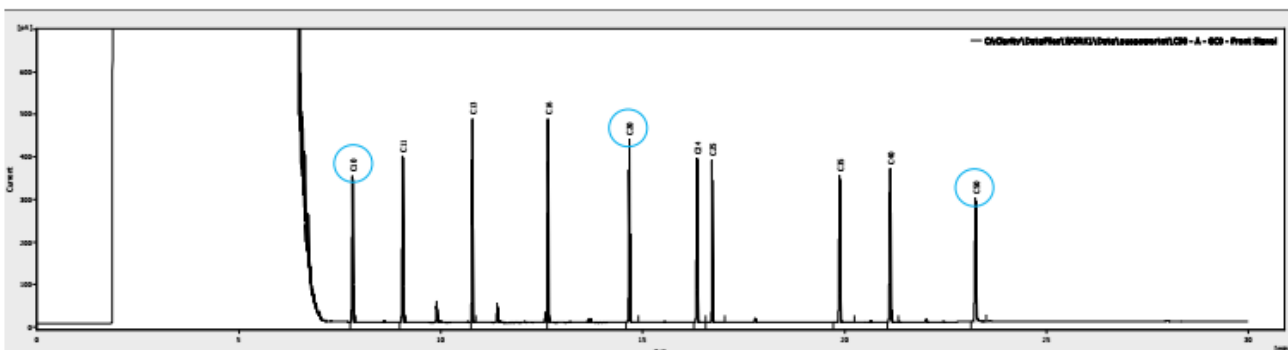


Figure 2 - Chromatogramme LC-GC-FID de MOSH de l'injection d'un étalon de temps de rétention avec les composants C10, C11, C13, C16, C20, C24, C25, C35, C40 et C50 sur la voie GC avant. Tous les alcanes présentent des hauteurs et des aires de pic comparables.

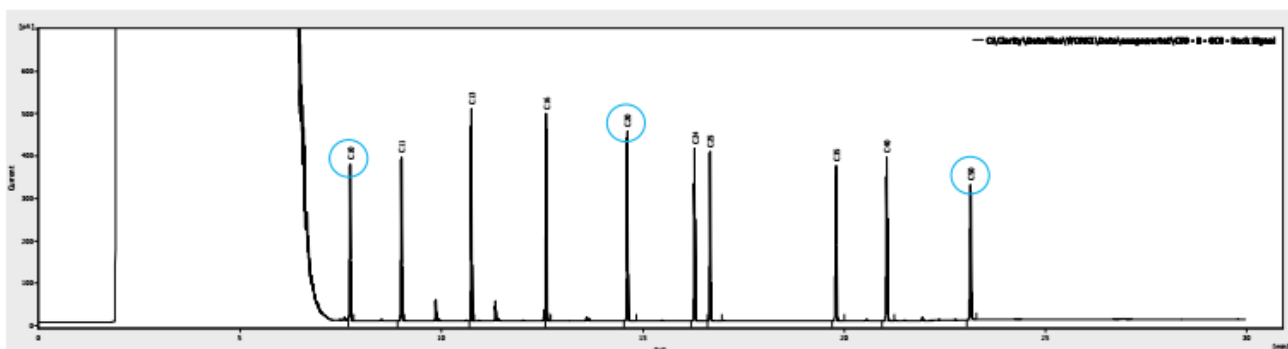


Figure 3 - Chromatogramme LC-GC-FID de MOSH de l'injection d'un étalon de temps de rétention avec les composants C10, C11, C13, C16, C20, C24, C25, C35, C40 et C50 sur la voie GC arrière. Tous les alcanes présentent des hauteurs et des aires de pic comparables.

Le tableau 1 montre les aires des pics absolues et les ratios d'aire de la figure 2 (voie MOSH) et de la figure 3 (voie MOAH). Les ratios sont compris entre 0,95 et 1,01 et remplissent donc très bien les conditions d'absence de discrimination selon [1].

**Tableau 1** : Détermination des rapports d'aire de pic C10/C20 et C50/C20 dans l'étalon des figures 2 et 3. Les conditions d'absence de discrimination selon [1] sont remplies.

GC channel	Peak areas			Peak Area ratio	
	C <sub>10</sub>	C <sub>20</sub>	C <sub>50</sub>	C <sub>10</sub> to C <sub>20</sub>	C <sub>50</sub> to C <sub>20</sub>
MOSH	655,685	653,94	623,674	<b>1,00</b>	<b>0,95</b>
MOAH	672,541	667,133	645,298	<b>1,01</b>	<b>0,97</b>

## Résumé

Le contrôle qualité interne de la colonne Retention Gap, qui est disponible exclusivement chez Axel Semrau, garantit que les exigences de non-discrimination des C50 et C10 sont respectées. La discrimination causée par une nouvelle colonne est exclue par le contrôle qualité interne complet. La colonne Retention Gap, dont la qualité a été testée, a déjà fait ses preuves dans le cadre d'une utilisation courante par un grand nombre d'utilisateurs. Toutefois, si des problèmes de discrimination devaient à nouveau survenir lors de l'installation, celle-ci pourra être échangée sans aucun frais.

## Littérature

[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.