

Projekt „Methodenentwicklung zur Bestimmung von Mineralölkomponenten in Lebensmitteln“

Auftragnehmer:	FABES Innovations gGmbH, München
Wissenschaftliche Betreuung:	Dr. Otto Piringer, Dr. Monika Rüter
Finanzierung:	Forschungsgemeinschaft für Verpackungs- und Lebensmitteltechnik e.V. (FoGe), München
Berichtszeitraum:	2015

1. Zielsetzung

Bei der Bestimmung der Mineralölkomponenten mittels direkter Gaschromatographie (GC) von Probenextrakten werden die gesuchten Komponenten durch zahlreiche Stoffe aus dem Lebensmittel und der Verpackung überlagert. Das führt zu einer signifikanten Minderung der Analysengenauigkeit. Um solche Störungen auszuschließen wurde ein Verfahren entwickelt, mit dem die phenylhaltigen Aromaten spezifisch erfassbar werden. Über einen Vergleich mit der direkten GC-Methode können auf diese Weise störende Anteile aus dem Analyseergebnis abgezogen werden.

2. Ergebnisse und Schlussfolgerungen

Das entwickelte Verfahren besteht aus folgenden Schritten:

Die zu analysierende Probe, zum Beispiel Schokolade, wird mit Hexan extrahiert, um den Hauptanteil von Fett zu entfernen. Danach wird der Rest mit Kaliumhydroxid in Ethanol versetzt und gekocht, um die verbliebenen Ester zu verseifen. Die entstandenen Säuren verbleiben als Salze, zusammen mit den Alkoholen in der alkalischen wässrigen Phase. Die aromatischen Kohlenwasserstoffe werden mit Hexan extrahiert und abgetrennt.

Der Extrakt wird danach mit Salpetersäure und Schwefelsäure behandelt, um in die Phenylgruppen der aromatischen Erdölkomponenten die Nitro-Gruppe einzuführen. Diese Methode ist in der organischen Chemie wohlbekannt und führt zu einer nahezu vollständigen Umsetzung der Aromaten in Nitro-Verbindungen. Nach erfolgter Reaktion werden die nitrierten Aromaten mit Hexan extrahiert und von der wässrigen Phase getrennt.

Der nächste Schritt besteht in der Reduzierung der Nitro-Gruppe zur Amin-Gruppe. Auch diese Reaktion ist wohlbekannt und kann zur praktisch vollständigen Umsetzung der Nitroderivate in die entsprechenden Anilinderivate erfolgen.

Im letzten Verfahrensschritt werden die Amin-Gruppen durch Reaktion mit Brombenzoylchlorid in Amide verwandelt. Die so resultierenden Bromderivate werden nach Extraktion mit Toluol der gaschromatographischen Analyse und massenspektrometrischen Detektion (GC/MS) zugeführt. Bei Verwendung massenspezifischer Detektion von Bromfragmenten im SIM-Verfahren können auf diese Weise die Aromaten aus den Mineralölen spezifisch mit hoher Empfindlichkeit analysiert werden.

Alle oben erwähnten Schritte des Verfahrens wurden mittels GC/MS überprüft und durch Zugabe bekannter Mengen von Referenzstoffen überprüft.

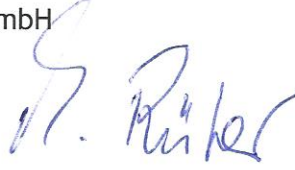
Um das oben beschriebene Verfahren auf seine Anwendbarkeit zu testen, wurde ein aus Recyclingkarton auf Tenax erhaltenes Migrat verwendet, in dem Spuren von aromatischen Kohlenwasserstoffen, d.h. Erdölkomponenten, enthalten waren. Die gemessene Menge an Aromaten war mit $65 \mu\text{g}/\text{dm}^2$ Karton etwas geringer als die mit der direkten GC/MS-Methode gemessene von $80 \mu\text{g}/\text{dm}^2$. Das letztere Ergebnis deutet auf die durch Überlagerung von Fremdkomponenten verursachte Überschätzung hin.

Die im Rahmen dieses Projektes entwickelte Methode ist relativ aufwendig und folglich auch teuer im Vergleich zur direkten GC/MS-Methode. Sie ist jedoch als Vergleichsmethode für eine Absicherung von Ergebnissen gedacht und für diesen Zweck nützlich.

München, 28.01.2016

Fabes Innovations gemeinnützige GmbH


Dr. Otto Piringer
Geschäftsführung


Dr. Monika Rüter
Geschäftsführung