

Einleitung

Ester der Phthalsäure werden als äußere Weichmacher in verschiedenen Materialien wie Kunststoffen aus Polyvinylchlorid (PVC) oder Klebstoffen eingesetzt. Aufgrund der nicht kovalenten Bindung zum Polymer können Phthalate aus Gegenständen wie Bodenbelägen, Strukturpapeten, Kabeln, Verpackungen, Kosmetika oder Schuhsohlen leicht austreten und sich ubiquitär, etwa im Hausstaub, anreichern. Aufgrund ihrer gesundheitsschädlichen Eigenschaften, gelten einige langkettige Phthalate wie Bis-(2-ethylhexyl)phthalat (DEHP) als fortpflanzungsgefährdend oder lebertoxisch. So ist ihr Einsatz beispielsweise in Babyartikeln und Spielzeug verboten (Restgehalt maximal 0,1 %).

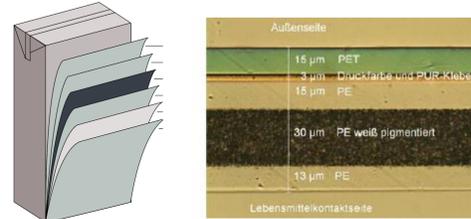
Im Rahmen eines Praktikumsversuchs sollten die Studenten der Lebensmittelchemie (8. Fachsemester, TU Dresden) durch die Verwendung der GC-MS und der quantitativen ¹H-NMR Phthalate im eigenen Hausstaub auf Grundlage verschiedener Analysetechniken und Auswertemethoden sowie unter Verwendung verschiedener Arten von Standards bestimmen. Dazu wurden von allen Studenten Hausstaubproben gesammelt, wobei die entsprechende Wohnsituation im Hinblick auf Alt- oder Neubau, Art des Bodens sowie der Sammelort (Staubsaugerbeutel oder Besenaufnahme) berücksichtigt wurde.

Praktikum Bedarfsgegenstände TU Dresden

→ 6 Wochen im 8. Fachsemester Studium Lebensmittelchemie

- 1. Teil: Schichtaufbau von Verpackungen
- 2. Teil: Spezialthema Lebensmittelkontaktmaterialien

➤ Nasschemische und infrarotspektroskopische Analyse einer Verbundverpackung (Kunststoff-Multilayer oder Kunststoff/Papier)



Beispiel für Schichtaufbau einer Verbundfolie, Mikroskopische Aufnahme nach Mikrotom-Schnitt

➤ **Lernziele:** Umgang mit mgl. toxisch bedenklichen Stoffen; Abschätzung Migration; Risikobewertung

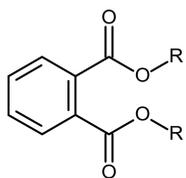
➤ **Analytik:** Chromatographie (GC, HPLC) und Spektroskopie (¹H-NMR) mit verschiedenen internen Standards

➤ **3 Themenbereiche:**

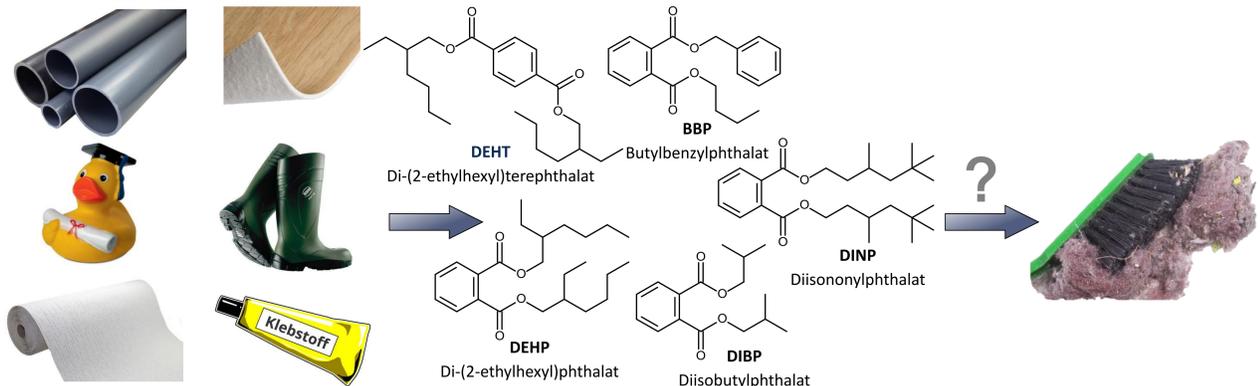
- Analytik cyclischer Polyamid-Oligomere
- Farbentwickler aus Thermopapieren
- Phthalate im Hausstaub**

Phthalate als Weichmacher

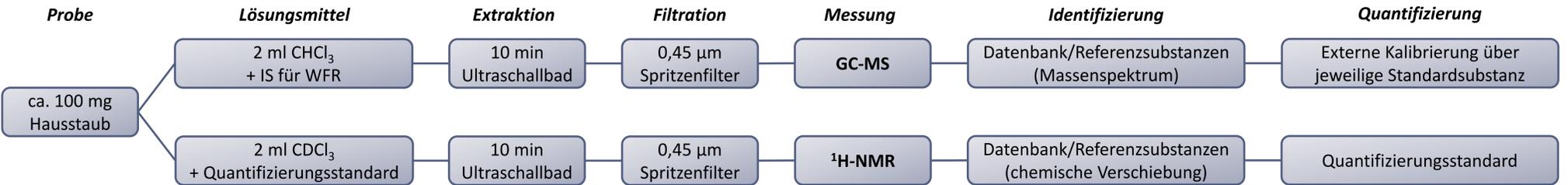
- Struktur: Ester der Phthalsäure mit unterschiedlichen Seitenketten
- Unterscheidung nach Flüchtigkeit und toxikologischer Bewertung



- Einsatz: äußere Weichmacher → nicht kovalent gebunden
- Freisetzung aus Materialien wie PVC-Bodenbelägen: ubiquitäres Vorkommen

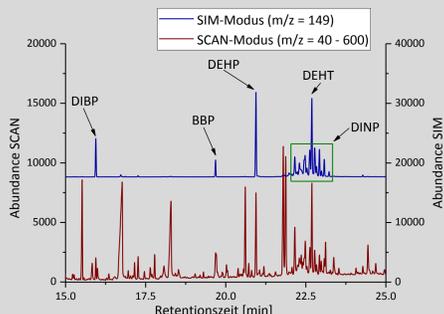


Bestimmung von Phthalaten im Hausstaub

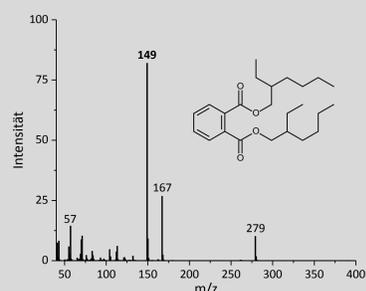


Ergebnisse

➤ GC-MS

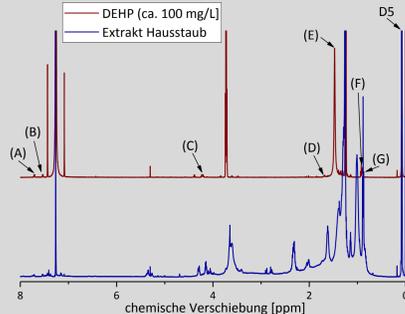


Beispielchromatogramm GC-MS: Extrakt Hausstaub, SCAN- und SIM-Modus mit identifizierten Weichmachern, Säule: DB-5



EI-Massenspektrum DEHP, charakteristisches Fragmentation: m/z = 149 (Phthalat-Grundkörper)

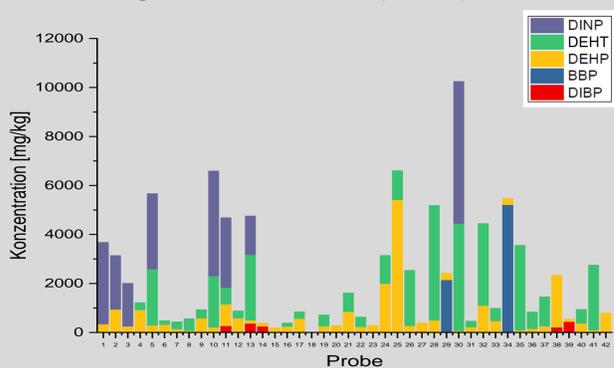
➤ ¹H-NMR



Beispielspektrum ¹H-NMR: Extrakt Hausstaub und DEHP (ca. 100 mg/L) mit Signalzuordnung, Datenbank TU DD AK Simat, D5 = Quantifizierungsstandard (Decamethyl-cyclopentasiloxan), Spektrenaufnahme: 600 MHz

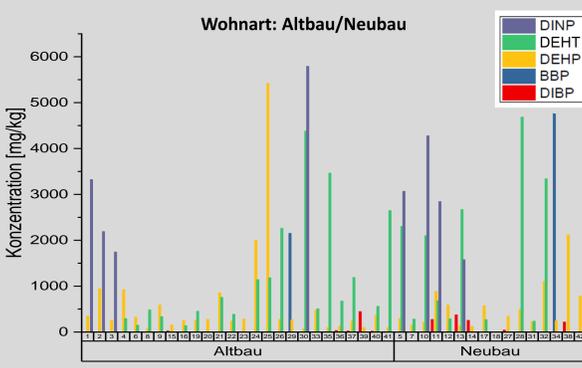
Proton	Chemische Verschiebung [ppm]
A	7,70
B	7,52
C	4,22
D	1,63
E	1,49 - 1,27
F	0,92
G	0,90

➤ Phthalatgehalte in den Proben (GC-MS)

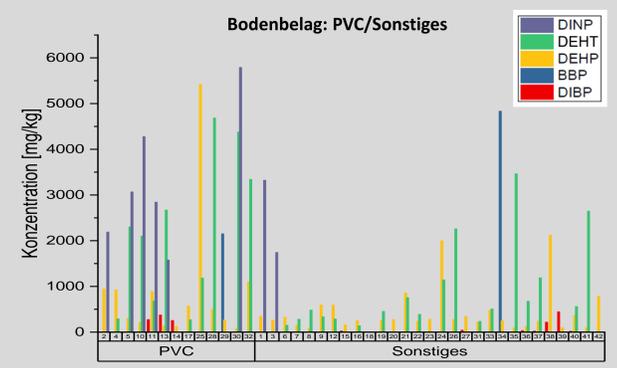


➤ Nachweis von Phthalate in allen Proben (< 5 mg/kg Hausstaub)

➤ Differenzierung nach Wohnsituation (GC-MS)



➤ Schwankende Gehalte unabhängig der Wohnart
➤ Keine signifikanten Unterschiede zwischen Alt- und Neubau



➤ Höhere Gehalte an Phthalaten in Wohnungen mit PVC-Böden (Median 2414 mg/kg gegenüber 281 mg/kg); hohe Gehalte in nicht-PVC Wohnung: andere Quellen wahrscheinlich

Zusammenfassung

- Nachweis von Phthalaten in allen 42 untersuchten Hausstaub-Proben (> 5 mg/kg Staub)
- DEHP in 41 Proben: 70 bis 5500 mg/kg (Median 280 mg/kg), Diisobutylphthalat (DIBP, n = 11, max. = 444 mg/kg), Diisononylphthalat (DINP, n = 8, max. = 5800 mg/kg), Butylbenzylphthalat (BBP, n = 2, max. 5200 mg/kg)
- neben Phthalaten: Nachweis des strukturanalogen, mittlerweile häufig in PVC verwendeten Di-(2-ethylhexyl)terephthalat (DEHT) in 27 Proben mit bis zu 4700 mg/kg
- beim Vergleich der Wohnsituation: deutlich höhere Gehalte an Phthalaten in Wohnungen mit PVC-Böden
- Lernziele konnten durch die Studenten der Lebensmittelchemie erreicht werden