



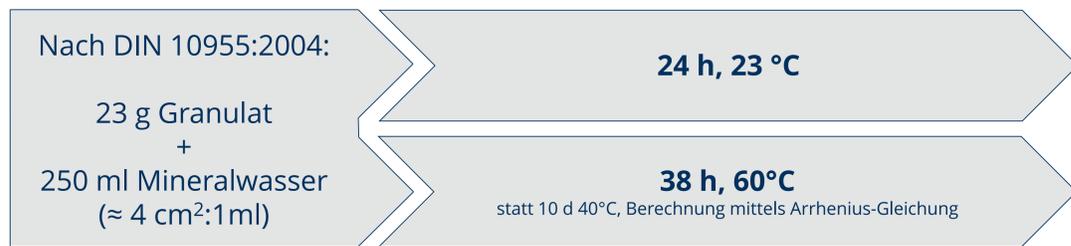
W. Raubach, N. Wolf, T.J. Simat

Professur für Lebensmittelkunde und Bedarfsgegenstände, Technische Universität Dresden

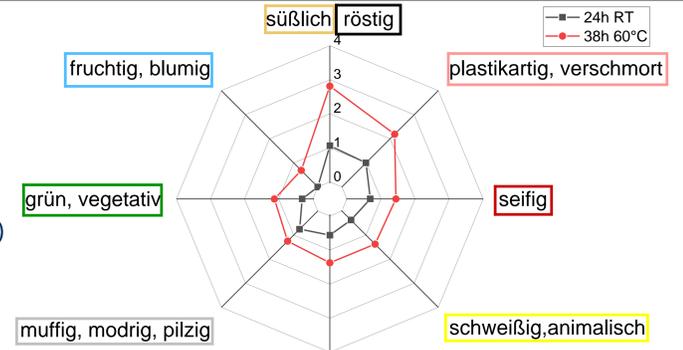
Hintergrund und Zielstellung

Ein großer Teil der produzierten Kunststoffe findet Einsatz in der Herstellung von Lebensmittelkontaktmaterialien (engl. Food Contact Materials, FCM). Nach der **Verordnung 1935/2004** dürfen diese keine Veränderungen der organoleptischen Eigenschaften von Lebensmitteln herbeiführen. Um dies zu überprüfen, werden klassische sensorische Untersuchungen durchgeführt. Nach **DIN 10955:2004** werden Packstoffe und Packmittel vorrangig durch Verkostung wässriger Migrate geprüft. Treten sensorische Auffälligkeiten auf, ist die Identifizierung der dafür verantwortlichen geruchsaktiven flüchtigen organischen Substanzen (oVOC) nötig, um deren Ursprung aufzuklären. Die Identifizierung kann durch instrumentelle Analytik mittels Gaschromatographie-Massenspektrometrie (GC-MS) sowie -Olfaktometrie (GC-O) erfolgen. Da in der Literatur bisher vor allem direkte Extraktionen der oVOC aus den Kunststoffen vorgenommen wurden, sollte die Extraktion der oVOC aus wässrigen Migraten erfolgen und mit einem Direktextrakt verglichen werden. Die wässrigen Migrate sollten zusätzlich auch klassisch sensorisch durch Verkostung untersucht werden. Als Probe wurde ein **PP/PA-Regranulat** verwendet, welches aufgrund eines Fehlgeruches nicht zur Weiterverarbeitung zum FCM geeignet war.

Klassische Sensorik



Verkostung
Profilprüfung
(nach DIN 13299:2016)



→ das bei Raumtemperatur hergestellte Migrat (24h) wies nur eine geringe Geruchsintensität auf und wurde nicht weiter analysiert
→ das bei beschleunigten Bedingungen (38h, 60°C) hergestellte Migrat ist für die instrumentelle Sensorik gut geeignet

Instrumentelle Sensorik

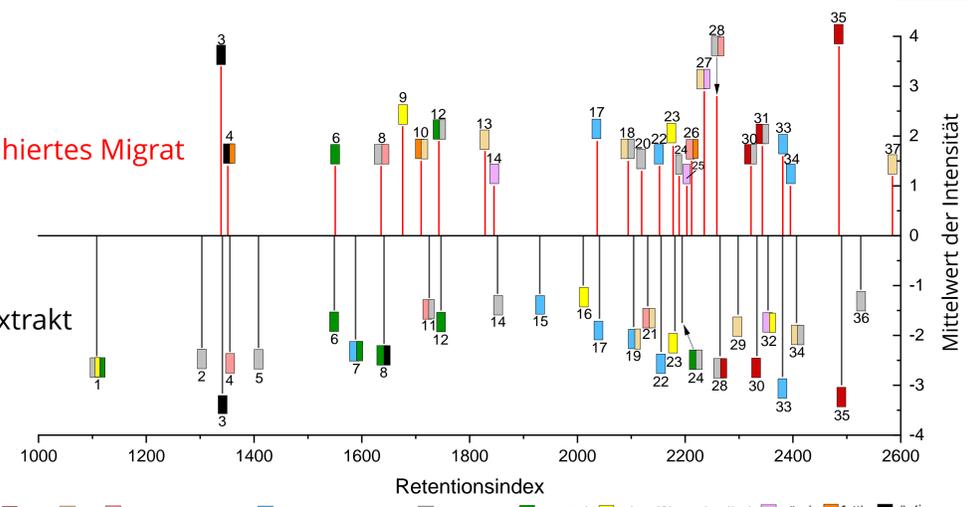
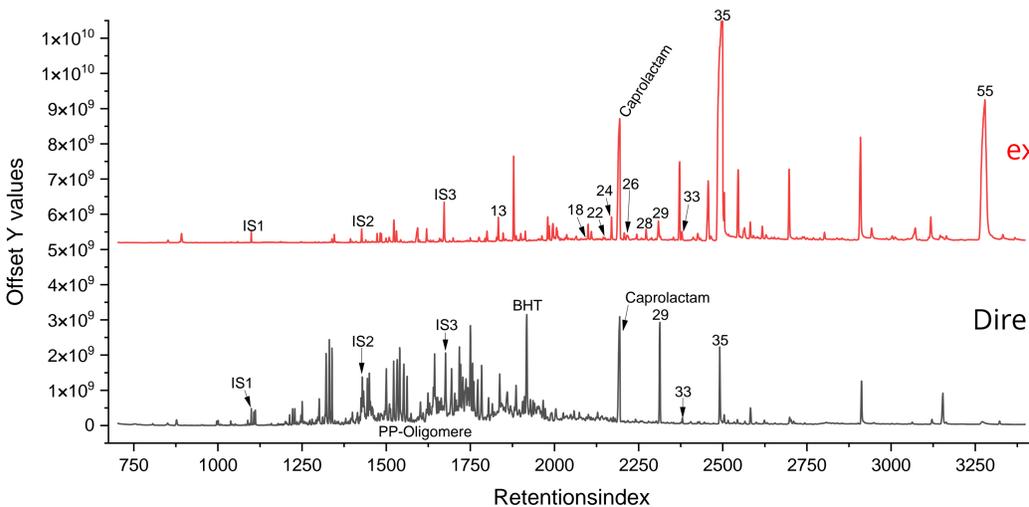


Abb. 1: GC-MS-Chromatogramme des Direktextrakts und des extrahierten Migrates, IS... interner Standard (1: Decan, 2: Bicyclohexyl, 3: Pristan), WAX-Säule

Abb. 2: Olfaktogramme von Migrat und Direktextrakt, dargestellt sind Gerüche mit einer mittleren Intensität ≥ 1 , WAX-Säule

Identifizierte oVOC:

→ (vorläufig) identifizierte Substanzen mit den höchsten Intensitäten einzelner Geruchsqualitäten
Absicherung über: a... Geruch, RI, MS, b... RI, Geruch, c... Identifizierung auch auf einer DB5-Säule (RI, Geruch)

<p>röstig</p> <chem>Cc1nc(C)cnc1</chem> 2,3-Dimethylpyrazin ^{bc} (3)	<p>seifig</p> <chem>CCCCCCCCCCCC(=O)O</chem> Decansäure ^{ac} (28)	<p>vegetativ, grün</p> <chem>CCCC=CCCCCCCC</chem> (Z)-4-Decenal ^{bc} (6)	<p>nur im Direktextrakt:</p> <p>muffig, pilzig</p> <chem>CCCC=CCCCCCCC</chem> 1-Octen-3-on ^{bc} (2)	<p>nur im Migrat:</p> <p>süß</p> <chem>c1ccccc1CC(=O)O</chem> Phenyllessigsäure ^b (37)
<p>animalisch, schweißig</p> <chem>CCc1ccc(O)cc1</chem> 4-Ethylphenol ^b (23)	<p>Laurinsäure^{ac} (35)</p> <chem>CCCCCCCCCCCC(=O)O</chem>	<p>fruchtig</p> <chem>CC1OC(C)CC1</chem> γ -Decalacton ^a (22)	<p>vegetativ</p> <chem>CCCC=CCCC=CCCC</chem> (E,Z)-2,6-Nonadienal ^b (7)	<p>schweißig, käsig</p> <chem>CC(C)=CC(=O)O</chem> 2-Methyl-(E)-2-butensäure ^b (9)
	<p>Laurinsäure-2,3-dihydroxypropylester^{ac} (55)</p> <chem>CCCCCCCCCCCC(=O)OCC(O)CO</chem>	<p>γ-Dodecalacton^{ac} (33)</p> <chem>CCCC1OC(C)CC1</chem>	<p>plastikartig verschmott</p> <chem>CCCC=CCCC</chem> 1-Hexen-3-on ^b (1)	

Fazit

Bei GC-O Messungen des Direktextraktes konnten auf der polaren Säule insgesamt 27 geruchsaktive Substanzen detektiert werden. Entgegen der Erwartungen konnten auch in dem mittels LLE extrahierten wässrigen Migrats 25 oVOC identifiziert werden, 15 davon wurden auch im Direktextrakt wahrgenommen. Von den identifizierten oVOC konnte ein Großteil den Abbauprodukten von PP oder dessen Additiven zugeordnet werden. Lediglich bei dem röstig riechenden 2,3-Dimethylpyrazin wird vermutet, dass dieses durch den Abbau von PA entstand. Es zeigt sich, dass Migrate ebenfalls geeignet sind, um die oVOC eines FCM zu analysieren. Ein Vorteil ist, dass Alkane, welche mit den oVOC im GC-MS-Chromatogramm coeluierten würden, nicht in das Wasser migrieren und dadurch eine direkte Identifizierung der oVOC ohne vorherige Abtrennung der Alkane möglich ist.