



Zusammenfassung

Die Summenmethode zur Bestimmung von extrahierbarer estergebundener Acrylsäure konnte mit einer alkalischen Hydrolyse mit t-BuOK entwickelt werden (50 Acrylat-Oligomerstandards; WFR: 70 bis 100 %). Die entwickelte Methode wurde anschließend auf Extrakte von Lebensmittelverpackungen aus Kunststoff (z.B. Joghurtbecher) angewandt. Im Totalextrakt (Ultraschallbad, 1h, Isopropanol oder Dichlormethan) von 6 mit acrylatbasierter Druckfarbe bedruckten Bechern konnte extrahierbare estergebundene Acrylsäure zwischen 34 und 618 µg/kg Füllmenge bestimmt werden.

Hintergrund

Die acrylatbasierten Druckfarben gehören zu den UV-härtenden Druckfarben, welche häufig zur Bedruckung von Lebensmittelverpackungen eingesetzt werden. Dabei wird die flüssige Druckfarbe durch Bestrahlung mit UV-Licht ausgehärtet. Um das Polymer schnell vernetzen zu lassen und die Viskosität einzustellen, werden der Druckfarbenformulierung Mono- und Oligoacrylsäureester zugesetzt. Die Oligoacrylsäureester sorgen für die Quervernetzung der einzelnen Polymerstränge des Basisharzes, während die Monoacrylsäureester als Reaktivverdünner dienen. Die Vernetzung der Acrylsäurereste ist jedoch nicht vollständig. Einige der Substanzen liegen weiterhin ungebunden vor und können entweder über die Gasphase (bei Sdp. < 350 °C) oder in direktem Kontakt in das Lebensmittel migrieren.

Acrylat-Druckfarbe

↓ UV-Licht

Polymerisierte Druckschicht mit unvollständig gebundenen Acrylsäureestern

↓ Migration

Lebensmittel

Methodenentwicklung und Anwendung

Summenmethode

Probe zerkleinern

↓ + IS1: Hexylcrotonat; WFR: 70 % über gesamte Aufarbeitung

Ultraschallbad 1h, iso-Propanol oder Dichlormethan

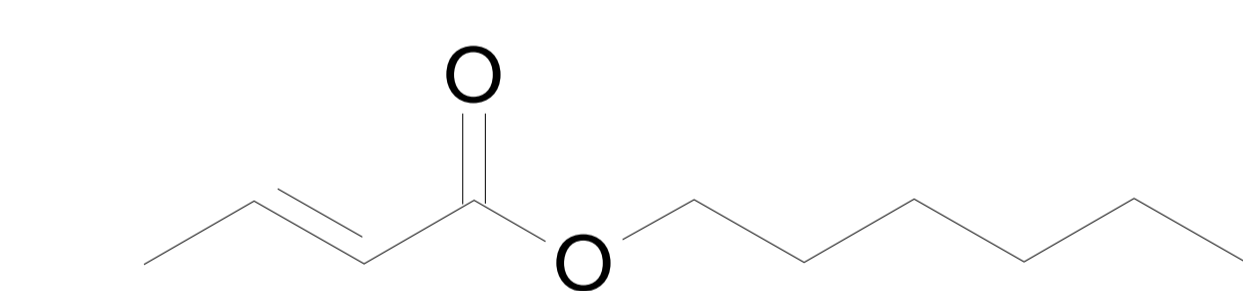
Abrotieren

↓ Eindampfen unter N₂-Strom

↓ Hydrolyse, t-BuOK, 1h, 70°C

↓ + H₃PO₄ + IS2: Benzoesäure

RP-HPLC-UVD 220 nm

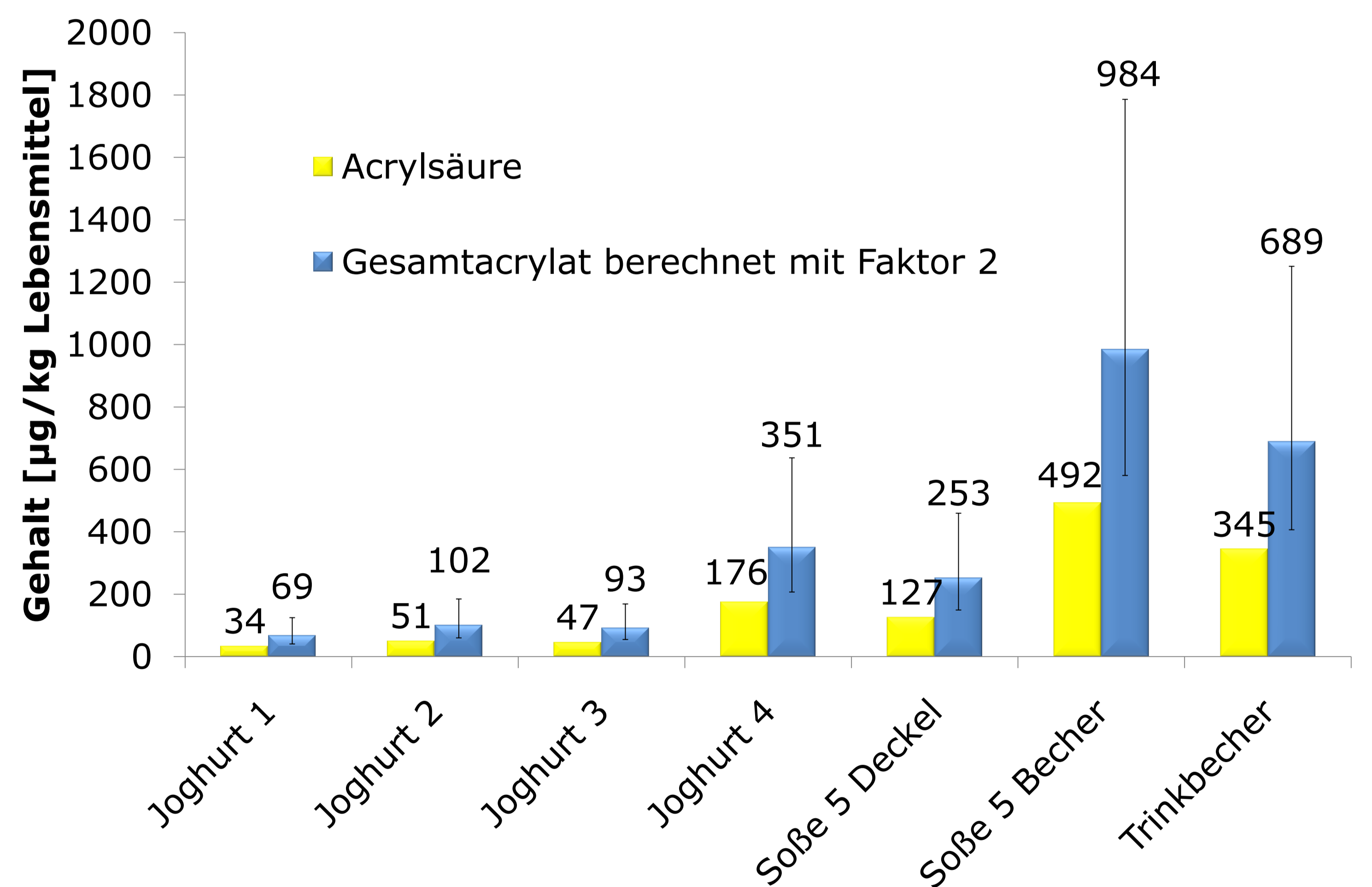


Hydrolyse-Wiederfindungsraten für 50 Standards: 70 - 100%
NWG Acrylsäure: 0,2 µg/Becher



Hydrolyse nicht anwendbar für Säureamide und sekundäre Acrylsäureester

Proben



$$F = \frac{M_{AS}}{n \cdot M_{AA}}$$

M_{AS} Molmasse Acrylat-Standard
 M_{AA} Molmasse Acrylsäure
 n Anzahl veresterter Acrylsäure im Standard

Acrylsäure nach Hydrolyse der Totalextrakte umgerechnet auf extrahierbare estergebundene Acrylsäure mittels theoretischen **Acrylsäurefaktors: $F \approx 2$**

Negative Fehlerindikatoren: wenn Faktor größer 2 z.B. für mono- bis trifunktionelle Acrylsäureester
Positive Fehlerindikatoren: wenn Faktor kleiner 2 z.B. für tetra- bis hexafunktionelle Acrylsäureester
 → Annähernd kann Faktor 2 zur Rückrechnung auf den Gesamtacrylatgehalt in der Probe verwendet werden

Ausblick

Innenmigrierte:

- Summenbestimmung im Simulanz
- Wie hoch ist der tatsächliche Übergang im Vergleich zum Totalextrakt?
- Einzelsubstanzbestimmung in Lebensmittel + Simulanz

Danksagung: Die Finanzierung dieses Vorhabens erfolgte durch das deutsche Bundesministerium für Ernährung, Landwirtschaft und Verbraucherschutz (BMELV) über die Bundesanstalt für Landwirtschaft und Ernährung (BLE)