



Ölpest im Reis?

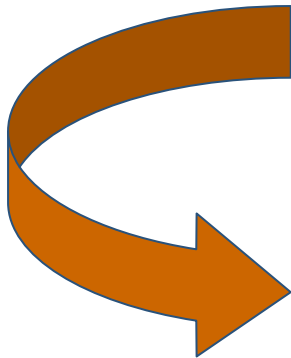
**Analytik von Mineralölkohlenwasserstoffen
in Lebensmitteln**

- **Grundsätzliches & Rechtliches**
- **LC-GC-Kopplung**
- **Methode**
- **Erfahrungen aus der Praxis**
 - Validierungsdaten
 - Matrices
- **Fazit und Ausblick**

Grundlegende Arbeiten am Kantonalen Labor Zürich unter K. Grob z.B.
Eur. Food Res. Technol. **2011**, 232, 1035-1041.
Eur. Food Res. Technol. **2009**, 229, 679-688.
J. Agric. Food Chem. **2009**, 57, 8711-8721.
Online Coupled LC-GC, Hüthig Buch Verlag, Heidelberg, **1991**.

MOSH / MOAH-Analytik

- Mineral Oil Saturated / Aromatic Hydrocarbons
- in Druckfarben enthalten (Zeitungen!)
- migrieren aus Recyclingkarton in Lebensmittel (bis zu mehreren Hundert mg pro kg)
- unerwünschte Kontaminanten



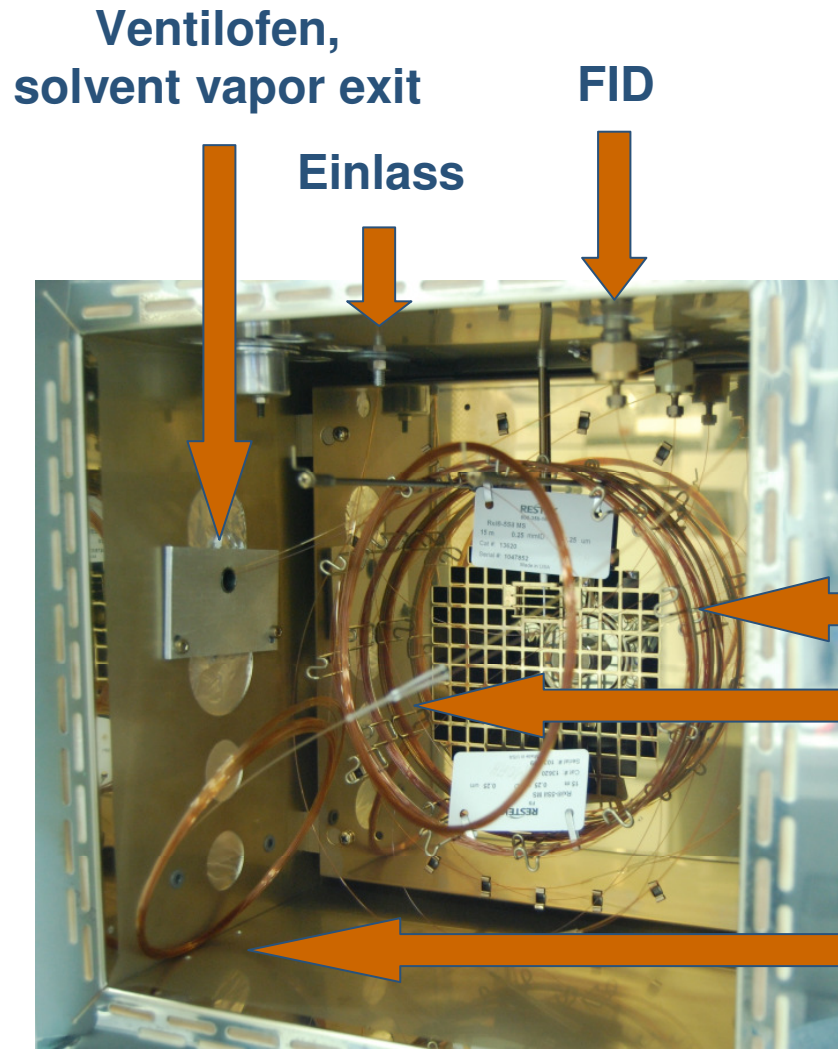
Risikominimierung
Grenzwert MOSH 0.6 ppm
Grenzwert MOAH 0.15 ppm

unser Messraum



LC-GC-Kopplung

LC-GC-Kopplung



Probenaufarbeitung

1. einwiegen
2. extrahieren
3. einengen
4. messen

Interner Standard

C12 und Hexylbenzen: Leichtflüchter in MOSH bzw. MOAH erhalten?

Bicyclohexyl und Biphenyl: IS zur Quantifizierung in MOSH bzw. MOAH

Cholestan und TBB: richtige Fraktionierung von MOSH und MOAH?

HPLC

unmodifiziertes Kieselgel

Flussrate 300 $\mu\text{L min}^{-1}$

Gradient Hexan – Dichlormethan

bei jedem Lauf Backflush

2x Transfer für 90s = 450 μL

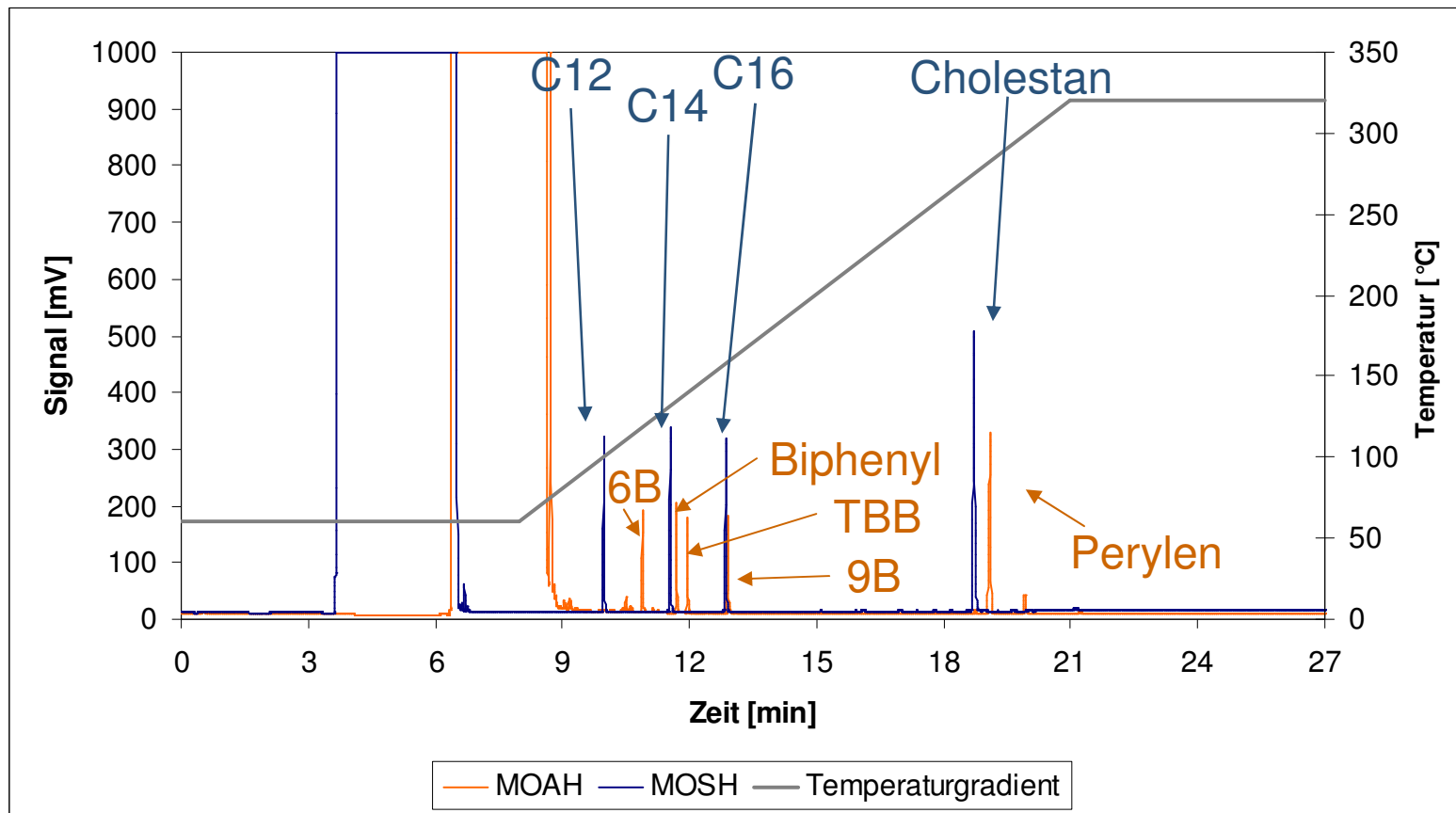
GC

lange Isotherme bei 60 °C zum Abblasen des Lösemittels

Temperaturgradient mit 20 °C min^{-1} bis 320 °C

Detektion mittels FID

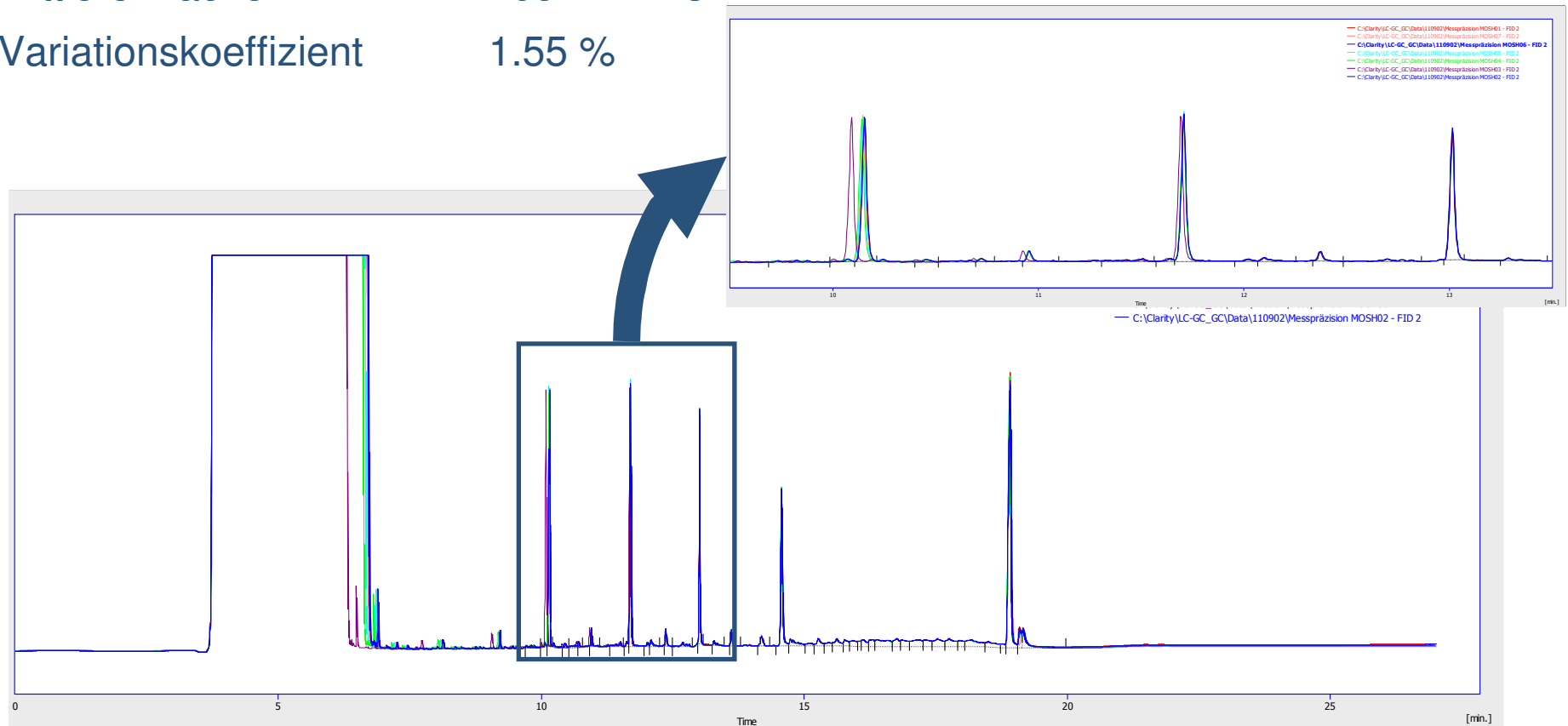
Standardsubstanzen mit Temperaturgradient



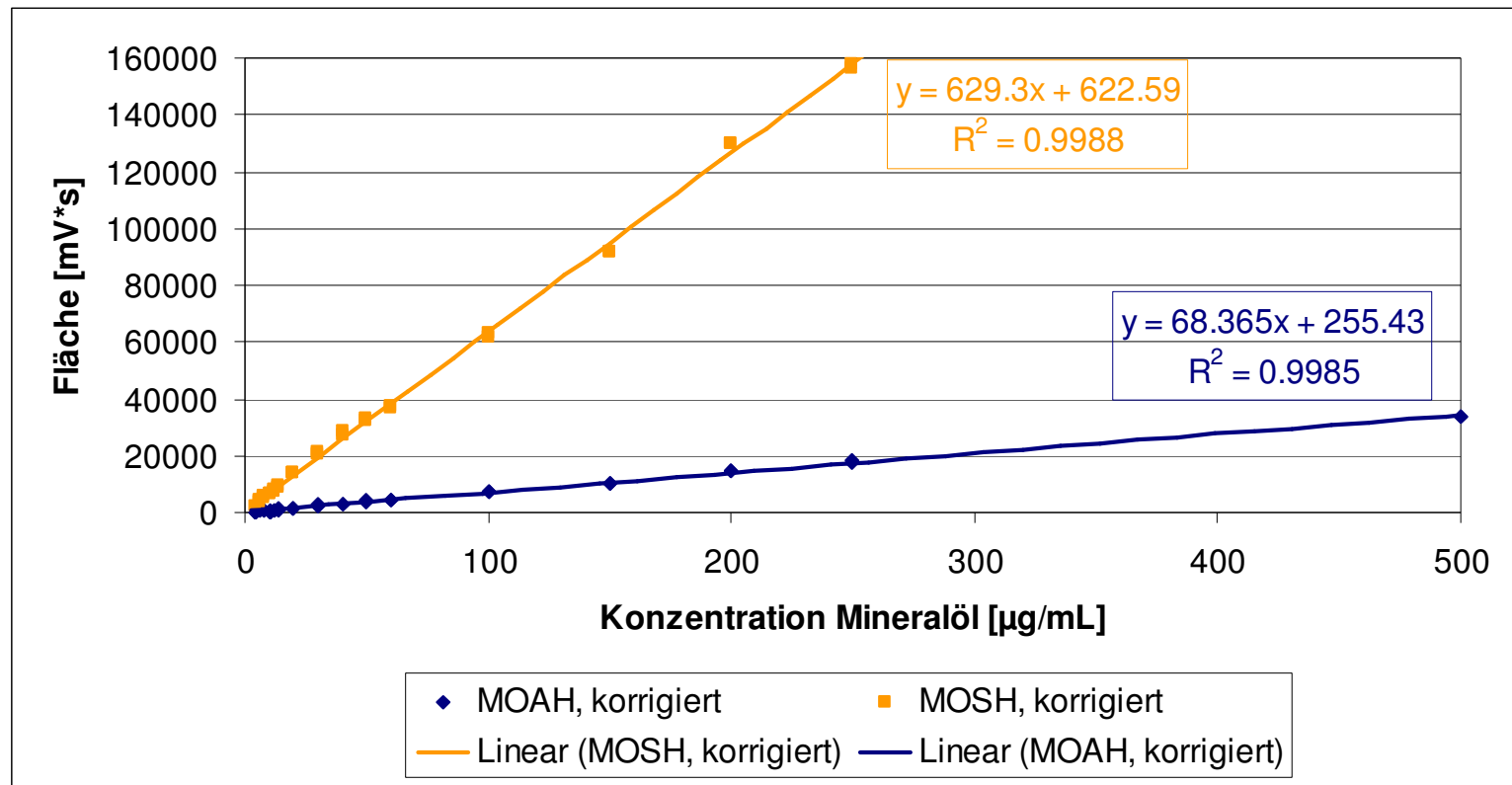
Messpräzision MOSH mit Schmierölstandard 6.8 µg mL⁻¹

mittlere Fläche 10577 mV*s

Variationskoeffizient 1.55 %



Linearität Gerät

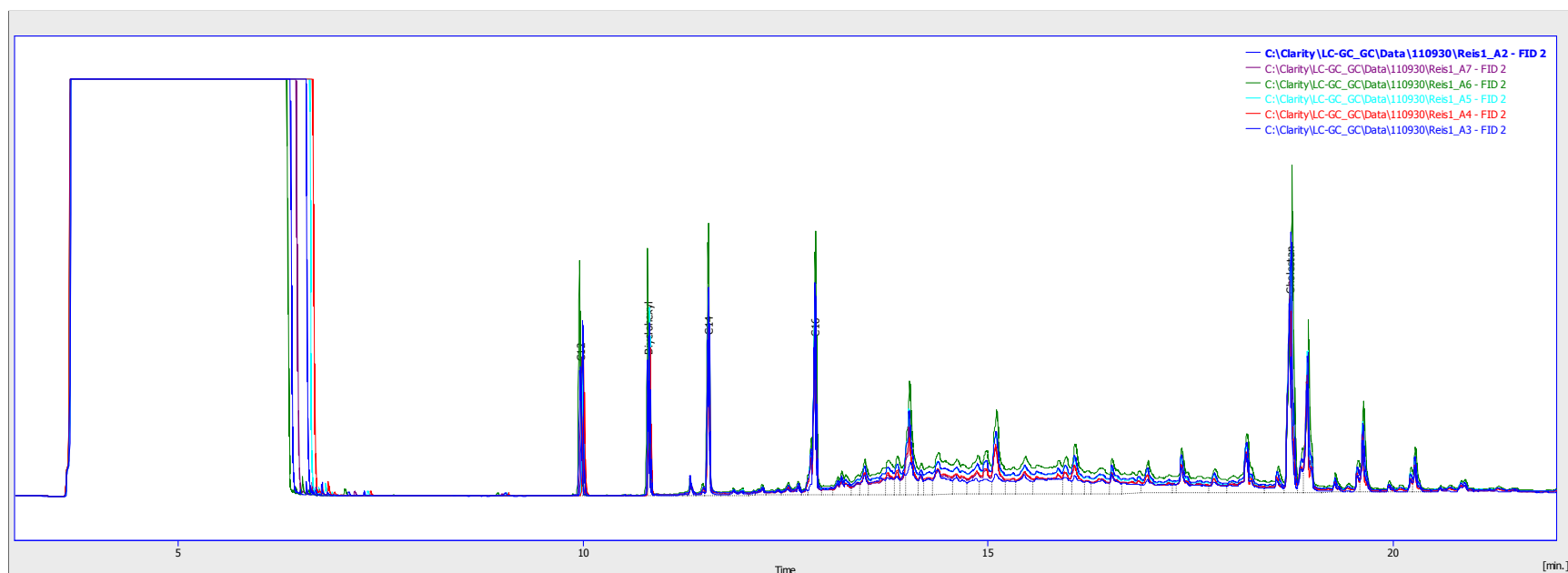


Wiederholpräzision mit Reis

MOSH-Fraktion

Mittelwert 4.3 mg kg⁻¹

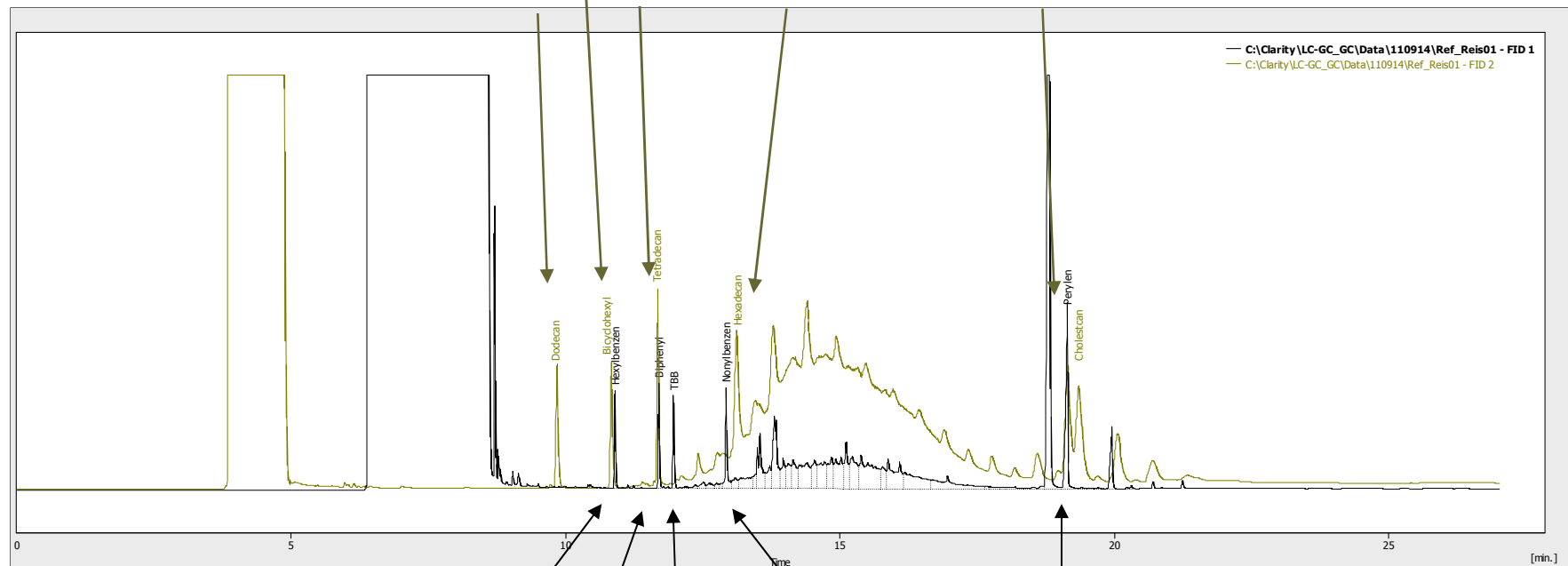
Variationskoeffizient 5.8 %



Reis

MOSH (ca. 16 ppm) Bicyclohexyl

C12 C14 C16 Cholestan



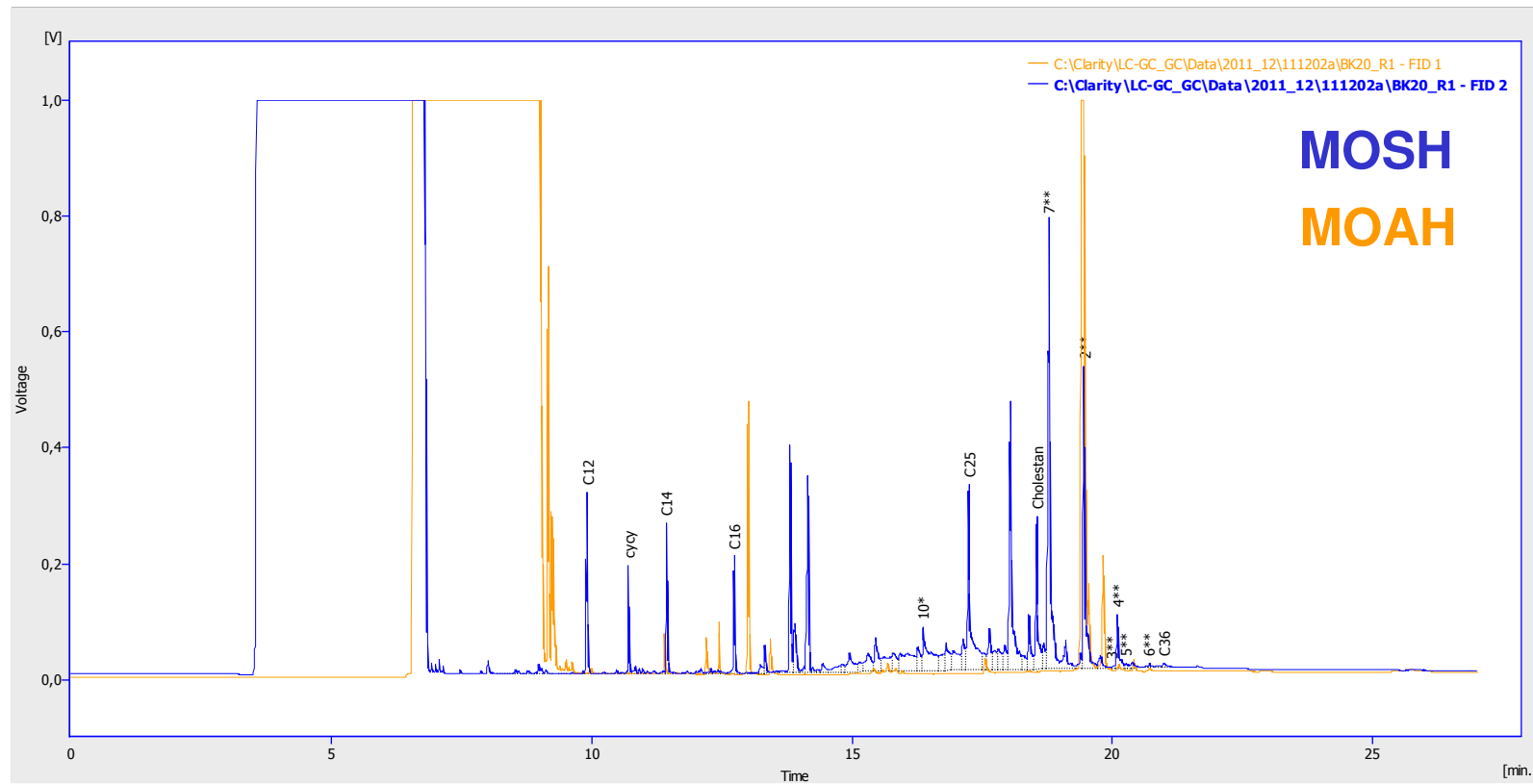
MOAH (ca. 3.5 ppm)

6B TBB 9B
Biphenyl

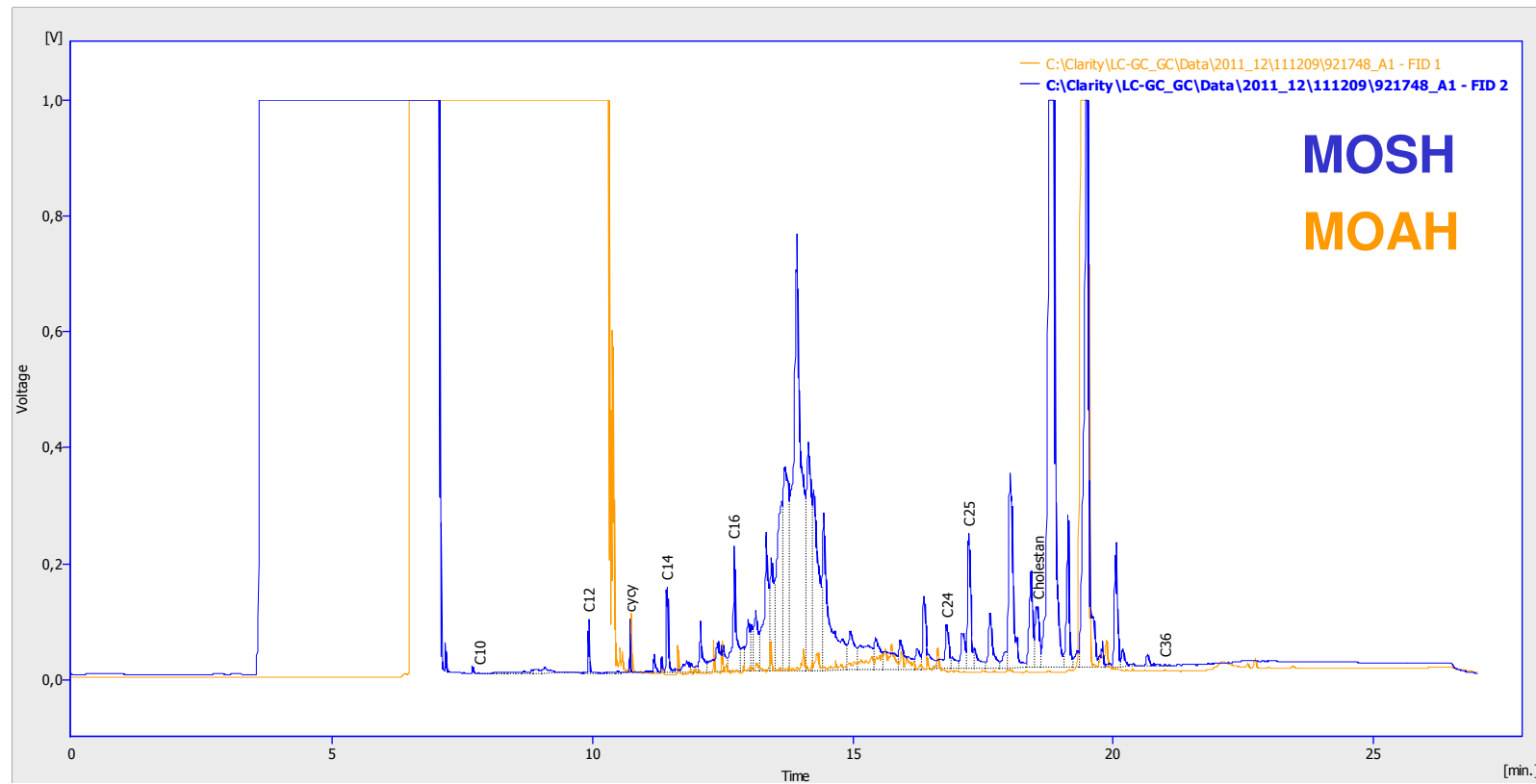
Perylen

Butterkekse

mit 5 ppm aufdotiert

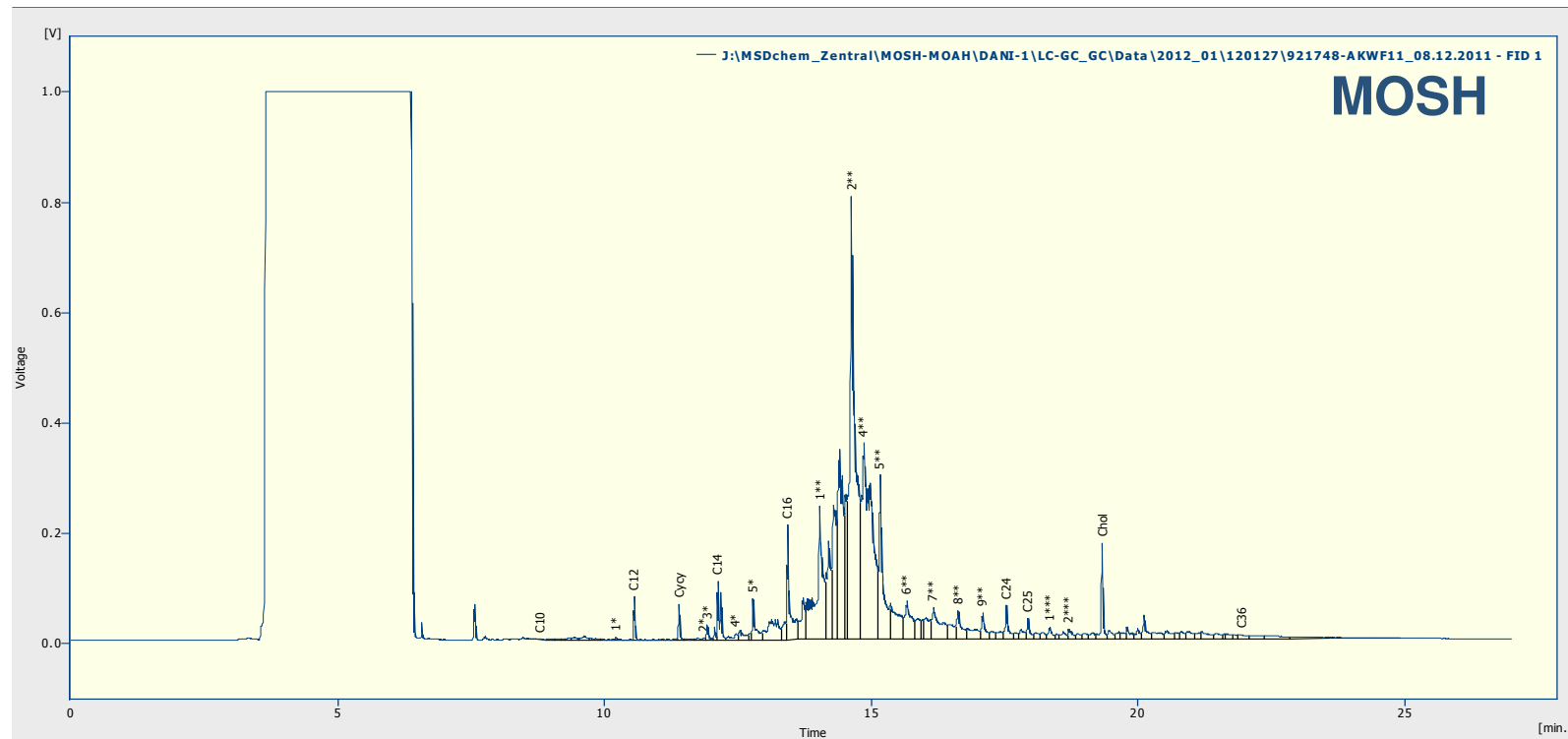


Kräutertee



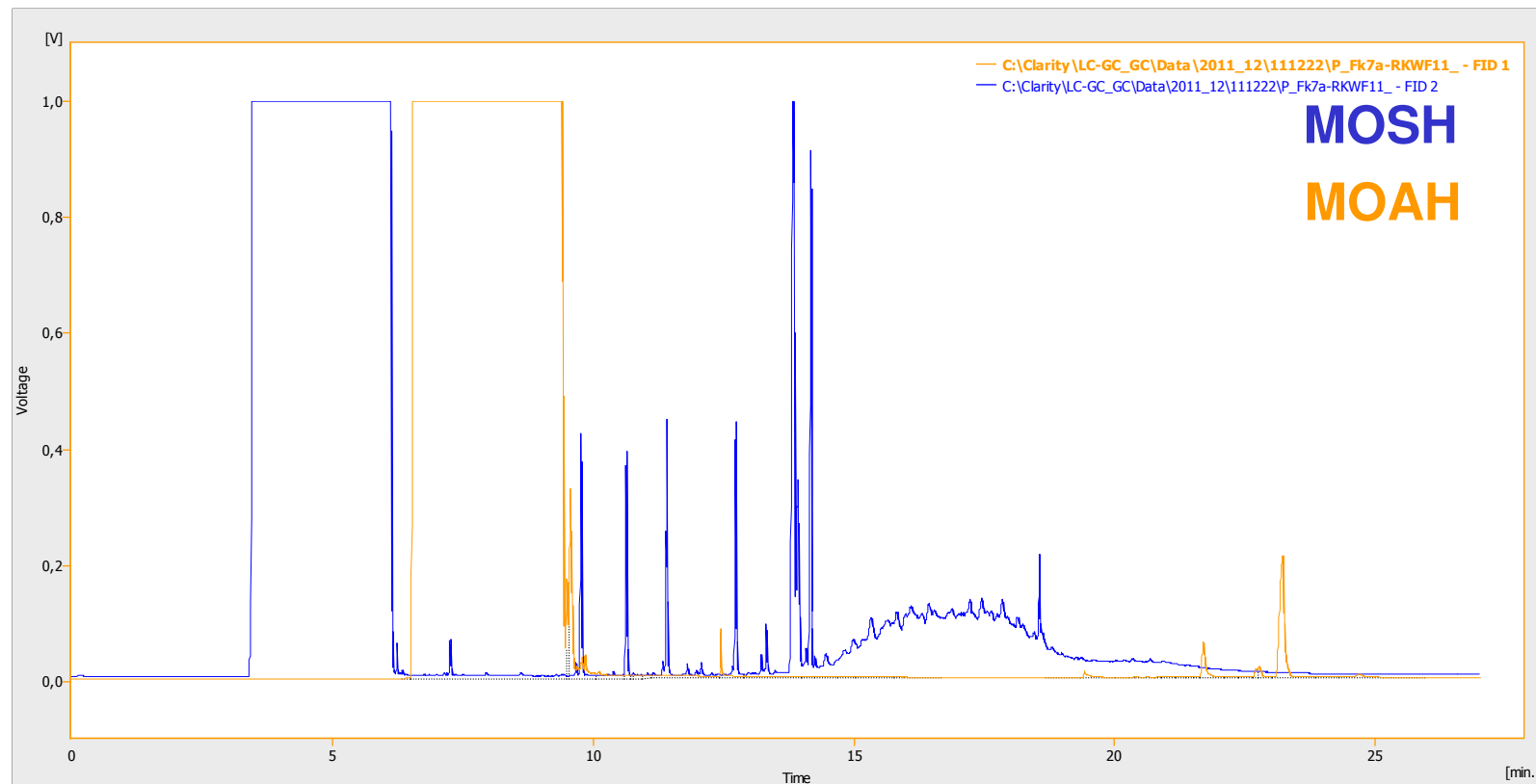
Kräutertee

nach Aufreinigung über Alox-SiO₂-Säule



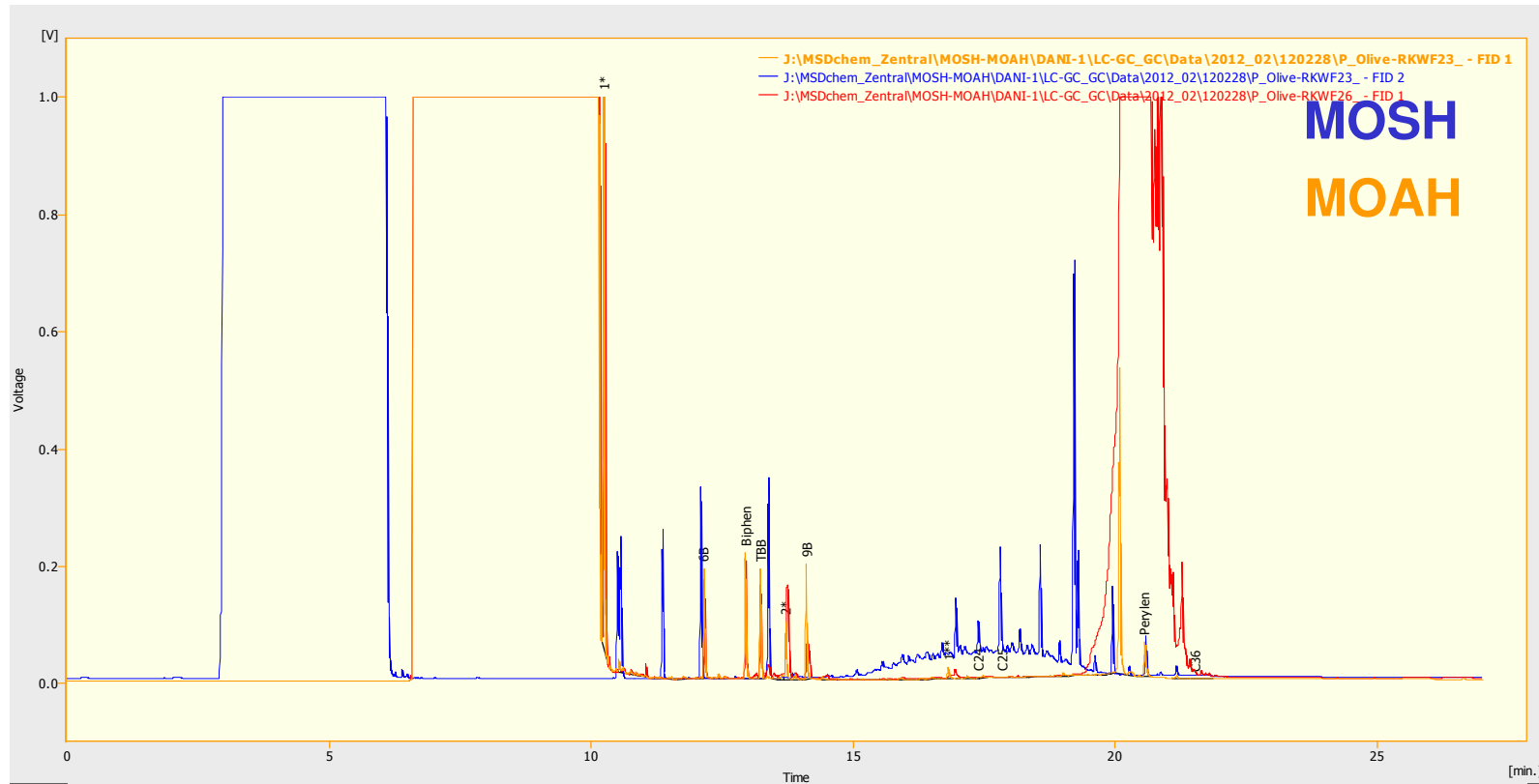
Frischkäse

auf 10ppm aufdotiert, quellen lassen mit EtOH, Aufreinigung über Alox-SiO₂-Säule

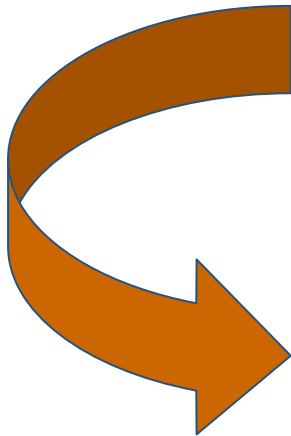


Olivenöl

dotiert auf 90ppm MOSH, 10ppm MOAH, Epoxidierung mit m-Chlorperbenzoesäure



- LC-GC-Kopplung misst zuverlässig reproduzierbar
- Trennung von MOSH- und MOAH-Fraktion
- Modifikation der Aufarbeitung für verschiedene Matrices
- großer Erfahrungsschatz bei der Auswertung erforderlich



verbindlicher Grenzwert?

Fragen?

Kontakt

Dr. Annette Meyer

AnnetteMeyer@eurofins.de