

# Entwicklung von Screening-Methoden für Kunststoffadditive

Cordey Simon

Bachelor-Thesis, MLS2011, Chemie

Auftraggeber: Burn Bernhard, Interlabor Belp AG  
Experte: Dr. Ehrat Markus, EK Biosciences GmbH  
Begleitdozent: Prof. Dr. Schlotterbeck Götz, FHNW

## ZUSAMMENFASSUNG

Das Ziel dieser Arbeit war es, mehrere Screening-Methoden für die Analyse von Kunststoffadditiven zu entwickeln. Für die Analyse dieser herauslösbaren Stoffe, sogenannten Leachables, wurden Methoden auf verschiedenen Analysegeräten entwickelt. Eine Methode mittels LC-UV wurde erfolgreich entwickelt, womit sich elf Antioxidantien nachweisen lassen. Für die Bestimmung von flüchtigen Abbauprodukten der Kunststoffe wurde eine Methodenentwicklung für den Nachweis von 30 Substanzen durchgeführt. Eine wichtige Additivgruppe stellen die Weichmacher dar. Durch die entwickelten Methoden mit zwei verschiedenen Analysetechniken, kann ein Screening von 24 Weichmachern erfolgen. Insgesamt wurden vier Methoden für die Analyse von 65 Additiven entwickelt.

## EINLEITUNG

Für die Herstellung und Verpackung von Lebensmittel- und Pharmaprodukten werden immer häufiger Kunststoffe verwendet. In diesen Kunststoffen sind Hilfs- und Zusatzstoffe enthalten, um den Kunststoffen die gewünschten Materialeigenschaften zu verleihen. Ein Teil dieser Additive kann sich aus den Kunststoffen herauslösen, welchen man als Leachables bezeichnet [1]. Diese Leachables stellen für das eigentliche Produkt und somit für uns Menschen ein Sicherheitsrisiko dar. Nicht nur die toxischen Aspekte spielen dabei eine Rolle, auch die Wirksamkeit der Produkte, z.B. die Infusionslösung im Kunststoffbeutel, kann dadurch beeinflusst werden.



Abb. 1-4: Beispiele einiger Kunststoffmaterialien der Pharma- und Lebensmittelindustrie

Die analytische Herausforderung im Rahmen dieser Bachelor-Thesis bestand darin, ein Set von Analysemethoden zu entwickeln, um möglichst viele interessante Kunststoffadditive bestimmen zu können. Dazu wurden die wichtigsten Kunststoffarten der Pharma- und Lebensmittelindustrie ausgesucht. Dadurch konnten die wichtigsten Additivklassen, wie z.B. Antioxidantien, bestimmt werden. Für die ausgewählten Additivklassen und deren Abbauprodukte, wurde versucht, ein Set von Screening-Methoden zu entwickeln. Für die Methodenentwicklungen standen LC-UV, LC-MS und GC-MS-Analysetechniken zur Verfügung. Die Messungen erfolgten anhand von Referenzsubstanzen.



Abb. 5-7: Beispiele der verwendeten Analysegeräte

## RESULTATE

Durch einen Vorversuch mittels Thermodesorption, gekoppelt mit GC-MS, konnten direkte Analysen der Kunststoffe durchgeführt werden. Dabei wurden die flüchtigen Substanzen bei 90 °C aus den Proben gelöst und mittels GC-MS analysiert. Diese Analyse diente der Vorbestimmung der wichtigsten flüchtigen Analyte, für die anschliessend eine Methodenentwicklung durchgeführt wurde. Die Messungen jeweils einer Gummi-, Silikon-, Polypropylen- und Polyethylenprobe zeigten, dass v.a. Abbauprodukte wie Alkane, Alkene, Siloxane etc. detektiert wurden. Anhand dieses Vorversuches und einer ausführlichen Literaturrecherche wurde eine Liste mit potentiellen Additiven, Monomeren und Abbauprodukten der Kunststoffe erstellt. Für die Methodenentwicklungen wurden Antioxidantien, flüchtige Substanzen (Alkane, Alkene und Siloxane), Weichmacher und Vulkanisierungsreagenzien verwendet.

Eine erste Methodenentwicklung erfolgte für die Antioxidantien, welche in den Kunststoffen enthalten sind, um thermischen und oxidativen Abbau zu verhindern. Dazu wurde eine Methode mittels LC-UV (Detektion bei 220 nm) entwickelt, da meist phenolische Antioxidantien verwendet wurden. Eine Methode für das Screening von elf Antioxidantien konnte erfolgreich entwickelt werden. Dabei konnten Mengen bis zu 25 ng (on system) nachgewiesen werden.

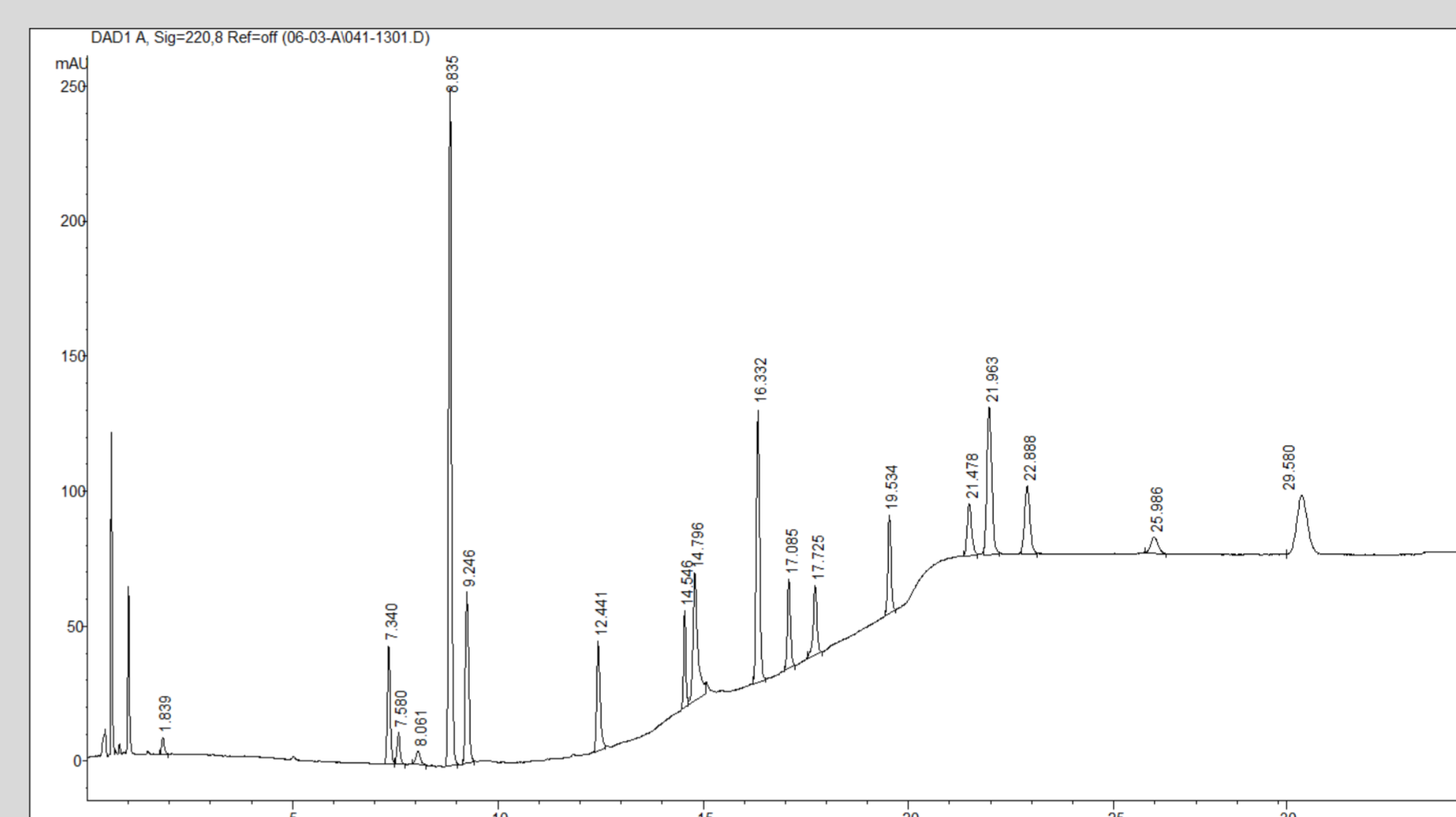
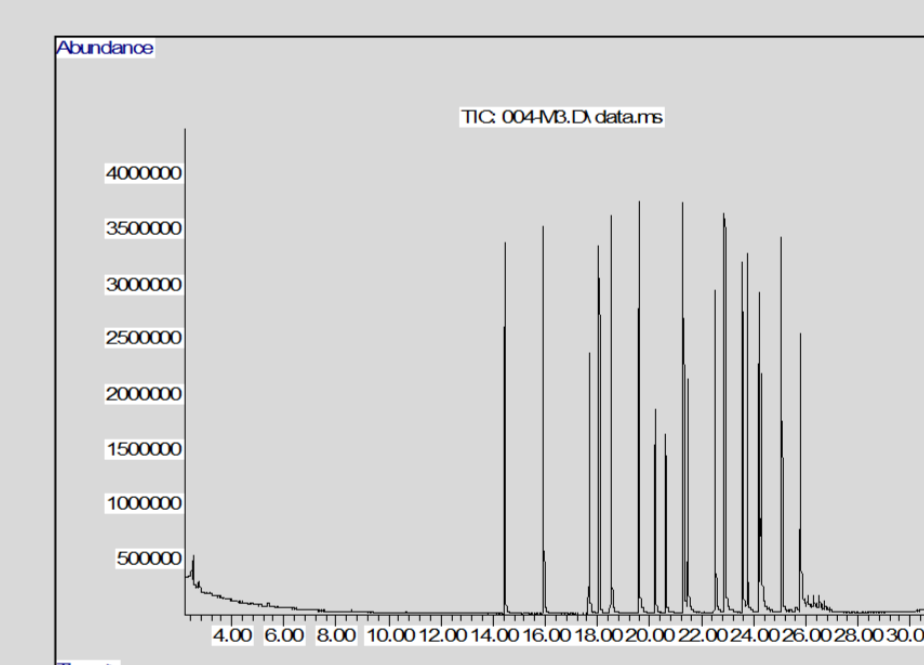
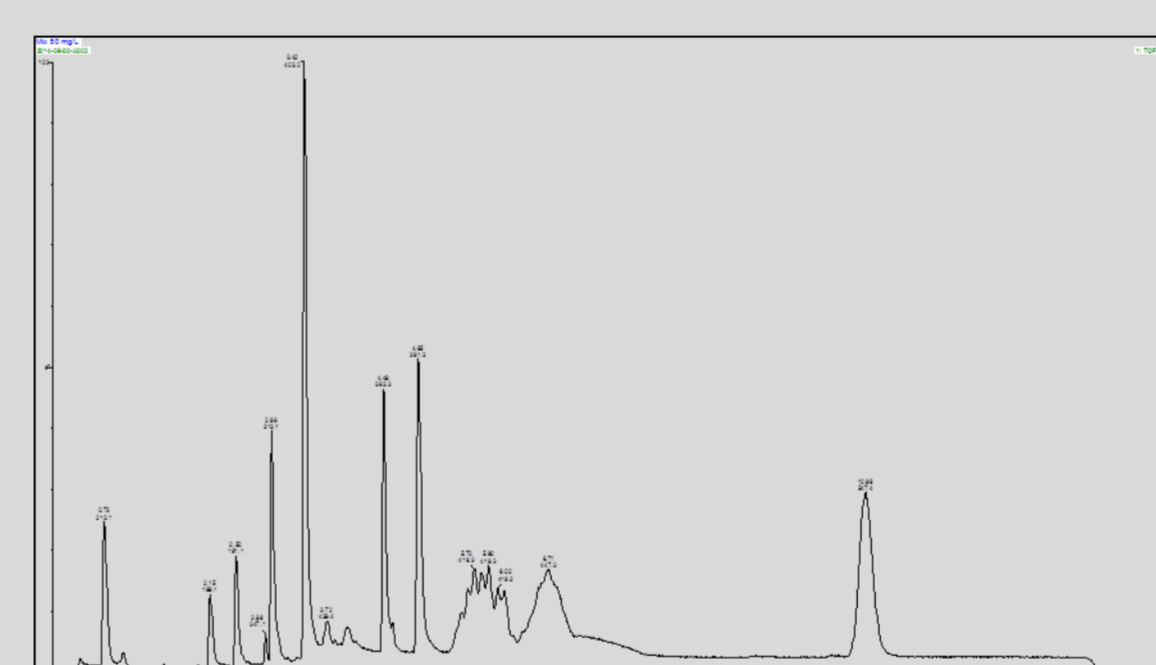


Abbildung 8: Chromatogramm einer Antioxidantien-Mischung 50 mg/L

In einem zweiten Teil der Arbeit wurde eine Screening-Methode für flüchtige Substanzen entwickelt. Dazu wurden Messungen mittels GC-MS für Alkane, Alkene und Siloxane durchgeführt. Diese Substanzen sind Abbauprodukte der verwendeten Kunststoffe. Für die Bestimmung dieser Substanzen wurde erfolgreich eine Methode für die Bestimmung von 30 Substanzen entwickelt. Durch diese Analyse konnten Mengen bis zu 10 ng (on system) nachgewiesen werden.

Wichtige Additive vieler Kunststoffe sind Weichmacher. Für dessen Bestimmung wurden Phthalate, Adipate und biobasierte Weichmacher verwendet. Die Methodenentwicklung erfolgte auf zwei Geräten, mittels LC-MS und GC-MS. Eine quantitative Analyse von neun Weichmachern mittels LC-MS, und 15 Weichmachern mittels GC-MS, konnte erfolgreich durchgeführt werden. Dabei war eine Analyse von 500 pg (on system) mittels LC-MS möglich.



Abbildungen 9-10: Chromatogramme mittels LC-MS (links) und GC-MS (rechts) der Weichmacher

## SCHLUSSFOLGERUNG

In dieser Bachelorarbeit wurden erfolgreich Screening-Methoden für die Bestimmung von Kunststoffadditiven entwickelt. Die vier entwickelten Methoden mittels LC-UV, LC-MS und GC-MS eignen sich zur quantitativen Bestimmung von 65 Additiven. In der Firma Interlabor Belp AG können diese Methoden als gute Grundlage benutzt werden, um durch weitere Optimierungen noch zusätzliche Analyte untersuchen zu können.

## ABKÜRZUNGEN

Abkürzung	Erklärung
GC	Gaschromatographie
LC	Flüssigchromatographie
MS	Massenspektrometrie
UV	Ultraviolett-Detektion

Tabelle 1: Abkürzungen

## REFERENZEN

[1] Jenke, Dennis (2009): Compatibility of pharmaceutical products and contact materials. Safety considerations associated with extractables and leachables. Hoboken, N.J: John Wiley.