

H77100 Abteilung für Analytische Chemie (DCH/AC)

Vorstand: Herr Stingeder, Gerhard Josef, Univ.Prof. Dipl.-Ing. Dr.techn.

771040 Masterseminar

Betreuer: Herr Hann, Stephan, Assoc. Prof. Dr.

QUANTIFIZIERUNG VON BENZO[A]PYREN, CHRYSEN,
BENZO[A]ANTHRACEN UND BENZO[B]FLUORANTHEN IN
KONVENTIONELL GERÄUCHERTEN BAUCH – UND
KARREESPECKWAREN MITTELS HPLC-FLD SOWIE DEREN
BEEINFLUSSUNG DURCH DEN JEWEILIGEN FETT-; EIWEISS-
UND WASSERGEHALT UND DER PLATZIERUNG DER PROBE
INNERHALB DER RÄUCHERKAMMER

Diplomarbeit zur Erlangung des Diplomingenieurs
an der Universität für Bodenkultur Wien

Eingereicht von
Katharina Renteria

Sommersemester 2015

Danksagung

Ich möchte an dieser Stelle zuerst meinen Betreuern an der Lebensmitteluntersuchungsanstalt (LUA) Kärnten danken, ohne die eine Diplomarbeit in der Nähe meiner Familie nicht möglich gewesen wäre. Somit gilt mein Dank insbesondere Herrn Mag. Dr. Gunther Vogl, der mir die Möglichkeit einer Diplomarbeit in Aussicht gestellt hat; Herrn Mag. Harald Truschner, der sich ein interessantes Thema überlegt und gemeinsam mit Frau Mag. Dr. Jutta Sattler Kontakte zu traditionellen Räucherbetrieben in Kärnten hergestellt hat; sowie Herrn Dip.Ing. Joachim Kölblinger, der mir bei vielerlei Fragen im Labor weitergeholfen hat.

Auch danke ich Anton und Margrit Heritzer, die einer Zusammenarbeit mit der LUA zugestimmt haben und mich mit köstlich duftenden Karree- und Bauchspeckproben versorgt haben.

Weiters möchte ich mich bei meinem Betreuer Assoc. Prof. Dr. Stephan Hann bedanken, der mir von Anfang bis Ende jede meiner zahlreichen Fragen geduldig beantwortet hat.

Zu guter Letzt möchte ich mich von ganzem Herzen bei meiner ganzen Familie bedanken, die mich während meines Studiums auf verschiedenste Weise unterstützt und stets aufmunternde Worte gefunden hat. Danke auch meinem Mann und meinen Kindern, die mir jeden Tag ein Lächeln bescheren und mein Herz zum Tanzen bringen.

Inhaltsverzeichnis

Inhaltsverzeichnis	1
Abkürzungsverzeichnis	3
Tabellen- und Abbildungsverzeichnis	4
1 Einleitung	6
2 Grundlagen der Räucherung und Entstehung von polyzyklischen aromatischen Kohlenwasserstoffen	7
2.1 Der Räucherprozess	7
2.2 Die Entstehung von polyzyklischen aromatischen Kohlenwasserstoffen (PAKs).....	8
3 Aufgabenstellung	11
4 Material und Methode	12
4.1 Verwendete Rohstoffe/Produkte	12
4.2 Bestimmung des Wassergehalts.....	12
4.2.1 Geräte	12
4.2.2 Materialien	12
4.2.3 Analytische Methode	13
4.3 Bestimmung des Fettgehaltes.....	14
4.3.1 Geräte/Equipment.....	14
4.3.2 Materialien	14
4.3.3 Analytische Methode	14
4.4 Bestimmung des Eiweißgehaltes	17
4.4.1 Geräte/Equipment.....	17
4.4.2 Materialien	17
4.4.3 Analytische Methode	17
4.5 Bestimmung des Gehaltes an PAKs.....	18
4.5.1 Geräte/Equipment.....	18
4.5.2 Materialien	19
4.5.3 Analytische Methode	20
5 Versuchsdurchführung	25
6 Versuchsergebnisse und Diskussion	27
7 Schlussfolgerungen	43
8 Zusammenfassung	44
9 Summary.....	45
10 Literaturverzeichnis	46
11 Anhang.....	48

12 Lebenslauf 52

Abkürzungsverzeichnis

ACN	Acetonitril
B[a]A	Benzo[a]anthracen
B[b]Chr	Benzo[b]chrysen
B[a]P	Benzo[a]pyren
B[b]F	Benzo[b]fluoranthen
BS	Bauchspeck
C	Konzentration
Chr	Chrysen
CRM	Certified Reference Material
DCM	Dichlormethan
E	Einwaage
EDTA	Ethylendiammintetraessigsäure
EtOH	Ethanol
HPLC	High Performance Liquid Chromatography
HPLC-FLD	High Performance Liquid Chromatography – Fluorescence Detection
ISTD	Interner Standard
KS	Karreespeck
MW	Mittelwert
MU	Messunsicherheit
PAH	Polycyclic aromatic hydrocarbon
PAK	Polyzyklischer aromatischer Kohlenwasserstoff
PE	Petrolether
R1, R2, R3	Räucherungsdurchgang 1, 2, 3
RM	Reference Material
RP-HPLC	Reversed Phase - High Performance Liquid Chromatography
RT	Retention time
RW	Reinstwasser
SPE	Solid Phase Extraction
STD	Standard
WF	Wiederfindung
Vol.	Volumen
PAK4	folgende 4 polyzyklischen Kohlenwasserstoffe: Benzo[a]pyren, Chrysen, Benz[a]anthracen, Benzo[b]fluoranthen

Tabellen- und Abbildungsverzeichnis

TABELLE 4-1 HPLC BEDINGUNGEN DER PAK ANALYSEN	22
TABELLE 4-2 EINSTELLUNGEN DES GRADIENTEN	22
TABELLE 4-3 WELLENLÄNGENEINSTELLUNGEN DES FL-DETEKTORS	23
TABELLE 4-4 RETENTIONSZEITEN DER PAKS	23
TABELLE 4-5 STD KONZENTRATIONEN DER KALIBRIERGERADEN	24
TABELLE 5-1 SCHEMA DER PROBENPLATZIERUNGEN AUF DEM RÄUCHERWAGEN	26
TABELLE 6-1 ZUSAMMENFASSUNG DES FETTGEHALTES ALLER DURCHGÄNGE	27
TABELLE 6-2 ZUSAMMENFASSUNG DES WASSERGEHALTES ALLER DURCHGÄNGE	27
TABELLE 6-3 ZUSAMMENFASSUNG DER EIWEIFGEHALTE ALLER DURCHGÄNGE	27
TABELLE 6-4 ZUSAMMENFASSUNG DER SUMMER ALLER PAK4	28
TABELLE 6-5 ZUSAMMENFASSUNG DER KONZENTRATIONEN AN B[A]P ALLER DURCHGÄNGE	28
TABELLE 6-6 UNTERSCHIEDE DER POSITIONEN IN %	38
TABELLE 6-7 AUSWERTUNG DER HÖHEREN KONZENTRATIONEN AN PAK IN BS GEGENÜBER KS	40
TABELLE 6-8 VERGLEICH DER GEHALTE AN PAK4 ZWISCHEN ALLEN DREI DURCHGÄNGEN R1 – R3 IN KARRESPECK KS	41
TABELLE 6-9 VERGLEICH DER GEHALTE AN PAK4 ZWISCHEN ALLEN DREI DURCHGÄNGEN R1 – R3 IN BAUCHSPECK BS	41
TABELLE 11-1 ERGEBNISSE DER PAK4 ALLER PROBEN	48
TABELLE 11-2 ERGEBNISSE VON FETT, WASSER, EIWEISS ALLER PROBEN	50
ABBILDUNG 2-1 STRUKTUR DER PAK4: B[A]P, B[B]F, CHR UND B[A]A	8
ABBILDUNG 2-2 DER KURVIGE PFEIL ZEIGT DIE BAY-REGION IN CHR, B[A]P SOWIE B[A]A (PROCESS-INDUCED FOOD TOXICANTS, STADLER)	9
ABBILDUNG 4-1 AUFSCHLUSSBLOCK VON BÜCHI (WWW.BUCHI.COM)	15
ABBILDUNG 4-2 EXTRAKTIONSAPPARATUR VON BÜCHI (WWW.BUCHI.COM)	16
ABBILDUNG 4-3 GRAPHISCHE DARSTELLUNG DES GRADIENTEN	23
ABBILDUNG 4-4 KALIBRIERGERADE VON BAA	24
ABBILDUNG 6-1 GEHALT AN PAK4 [µG/KG] VS. GEHALT AN FETT [G/100G] IN KS, R1	29
ABBILDUNG 6-2 GEHALT AN PAK4 [µG/KG] VS. GEHALT AN FETT [G/100G] IN KS, R2	29
ABBILDUNG 6-3 GEHALT AN PAK4 [µG/KG] VS. GEHALT AN FETT [G/100G] IN KS, R3	29
ABBILDUNG 6-4 GEHALT AN PAK4 [µG/KG] VS. GEHALT AN FETT [G/100G] IN KS, R1-R3	30
ABBILDUNG 6-5 GEHALT AN PAK4 [µG/KG] VS. GEHALT AN FETT [G/100G] IN BS, R1	30
ABBILDUNG 6-6 GEHALT AN PAK4 [µG/KG] VS. GEHALT AN FETT [G/100G] IN BS, R2	30
ABBILDUNG 6-7 GEHALT AN PAK4 [µG/KG] VS. GEHALT AN FETT [G/100G] IN BS, R3	31
ABBILDUNG 6-8 GEHALT AN PAK4 [µG/KG] VS. GEHALT AN FETT [G/100G] IN BS, R1-R3	31
ABBILDUNG 6-9 GEHALT AN PAK4 [µG/KG] VS. GEHALT AN WASSER [G/100G] IN KS, R1	31
ABBILDUNG 6-10 GEHALT AN PAK4 [µG/KG] VS. GEHALT AN WASSER [G/100G] IN KS, R2	32
ABBILDUNG 6-11 GEHALT AN PAK4 [µG/KG] VS. GEHALT AN WASSER [G/100G] IN KS, R3	32
ABBILDUNG 6-12 GEHALT AN PAK4 [µG/KG] VS. GEHALT AN WASSER [G/100G] IN KS, R1-R3	32
ABBILDUNG 6-13 GEHALT AN PAK4 [µG/KG] VS. GEHALT AN WASSER [G/100G] IN BS, R1	33
ABBILDUNG 6-14 GEHALT AN PAK4 [µG/KG] VS. GEHALT AN WASSER [G/100G] IN BS, R2	33
ABBILDUNG 6-15 GEHALT AN PAK4 [µG/KG] VS. GEHALT AN WASSER [G/100G] IN BS, R3	33
ABBILDUNG 6-16 GEHALT AN PAK4 [µG/KG] VS. GEHALT AN WASSER [G/100G] IN BS, R1-R3	34
ABBILDUNG 6-17 GEHALT AN PAK4 [µG/KG] VS. GEHALT AN EIWEIß [G/100G] IN KS, R1	34
ABBILDUNG 6-18 GEHALT AN PAK4 [µG/KG] VS. GEHALT AN EIWEIß [G/100G] IN KS, R2	35
ABBILDUNG 6-19 GEHALT AN PAK4 [µG/KG] VS. GEHALT AN EIWEIß [G/100G] IN KS, R3	35
ABBILDUNG 6-20 GEHALT AN PAK4 [µG/KG] VS. GEHALT AN EIWEIß [G/100G] IN KS, R1-R3	35
ABBILDUNG 6-21 GEHALT AN PAK4 [µG/KG] VS. GEHALT AN EIWEIß [G/100G] IN BS, R1	36
ABBILDUNG 6-22 GEHALT AN PAK4 [µG/KG] VS. GEHALT AN EIWEIß [G/100G] IN BS, R2	36
ABBILDUNG 6-23 GEHALT AN PAK4 [µG/KG] VS. GEHALT AN EIWEIß [G/100G] IN BS, R3	36
ABBILDUNG 6-24 GEHALT AN PAK4 [µG/KG] VS. GEHALT AN EIWEIß [G/100G] IN BS, R1-R3	37
ABBILDUNG 6-25 EINFLUSS DER POSITION AUF DEN GEHALT AN PAK GESAMT, AM BEISPIEL R1, KS	38

ABBILDUNG 6-26 QUADER.....	39
ABBILDUNG 6-27 ZYLINDER.....	39
ABBILDUNG 6-28 PROZENTUALE VERTEILUNG DER PAK4 IM DURCHSCHNITT	42
FORMEL 4-1 BERECHNUNG DES WASSERGEHALTES BZW. DER TROCKENMASSE	13
FORMEL 4-2 BERECHNUNG DES FETTGEHALTES	16
FORMEL 4-3 BERECHNUNG DES ROHPROTEINGEHALTES	18
FORMEL 4-4 BERECHNUNG DES GEHALTES AN B[A]P, B[A]A, CHR, B[B]F BZW. B[B]CHR	25
FORMEL 4-5 BERECHNUNG DER WIEDERFINDUNG DES ISTD.....	25
FORMEL 6-1 BERECHNUNG DER OBERFLÄCHE EINES QUADERS	39
FORMEL 6-2 BERECHNUNG DES VOLUMENS EINES QUADERS	39
FORMEL 6-3 BERECHNUNG DES RADIUS EINES KREISES.....	39
FORMEL 6-4 BERECHNUNG DER OBERFLÄCHE EINES ZYLINDERS	39

1 Einleitung

Räuchern stellt eines der ältesten Konservierungsverfahren für Fleisch- und Fischwaren dar. Während des Räucherns entstehen durch die Verbrennung des Brennmaterials viele wünschenswerte Geschmacks- sowie Aromastoffe, jedoch auch krebserregende Stoffe wie polyzyklische aromatische Kohlenwasserstoffe (PAKs). Ein Teil der PAKs sind genotoxisch sowie kanzerogen einzustufen, wobei der Grad ihrer Toxizität von Verbindung zu Verbindung unterschiedlich stark ausgeprägt ist.

Auf EU-Ebene werden PAKs in der Verordnung Nr. 835/2011 mit der Festlegung von Höchstgehalten an B[a]P von 2 µg/kg sowie einen Gesamthöchstgehalt an PAK4 (B[a]P, B[a]A, B[b]F und Chr) von 12 µg/kg geregelt.

Gewerbliche Betriebe verwenden zur Räucherung meist Friktionsrauch, welcher durch Pressen eines Holzstückes gegen einen Rotor entsteht und weniger mit PAKs belastet ist als durch traditionelle Verbrennung entstandener Rauch (Glimmrauchverfahren). Um den Gehalt an PAKs zu minimieren besteht weiters die Möglichkeit Rauchkondensate, so genannten Flüssigrauch, in der Räucherammer zu vernebeln.

Beim traditionellen Verfahren, dem so genannten Glimmrauchverfahren, wird Smokmaterial unter Drosselung der Luftzufuhr verglimmt und der entstandene Rauch in die Räucherammer geleitet. Diese Methode ist v.a. in kleineren, landwirtschaftlichen Betrieben gängig und resultiert in den höchsten PAK-Gehalten.

Um nun den Gehalt an diesen unerwünschten Substanzen beim Glimmrauchverfahren möglichst gering zu halten ist unter anderem darauf zu achten, dass die Rauchentstehungstemperatur des Räucherguts durch gezielte Drosselung der Sauerstoffzufuhr sowie Nutzung von ausreichend getrocknetem Brennmaterial möglichst niedrig zu halten ist, da bei niederen Temperaturen die Pyrolyse der Holzbestandteile (in erster Linie Zellulose, Hemizellulose und Lignin) vollständiger abläuft und daher weniger PAKs entstehen können.

2 Grundlagen der Räucherung und Entstehung von polyzyklischen aromatischen Kohlenwasserstoffen

2.1 Der Räucherprozess

Räuchern (engl. smoking) dient in erster Linie der Konservierung von zuvor (mit Nitratsalzen) gepökeltem Fleisch und Fleischwaren sowie bei Fisch. Es ist eine Methode, die Wasseraktivität im Lebensmittel durch Trocknen mit kaltem oder heißem Rauch zu senken. Somit unterscheidet man zwischen Kalträuchern (bis 25°C), Warmräuchern (bis 50°C) und Heißräuchern (über 50°C), wobei sich die Temperaturen auf die Temperaturen innerhalb der Räucherammer beziehen.

Die Raucheinwirkung bewirkt einerseits eine Trocknung des Lebensmittels (mit einem Wasserverlust von 10 – 40 %), andererseits entstehen bei der Verbrennung des Holzes Rauchkomponenten, die zum Teil antibiotische, antioxidative, sowie Aroma und Geschmack beeinflussende Wirkung haben und an der Oberfläche der Fleischwaren kondensieren oder durch Adsorption oder Absorption gebunden werden. Teils verbleiben diese Komponenten an der Oberfläche, teils diffundieren sie mehr oder weniger tief in das Innere der Fleischware hinein. So haben z.B. die meisten polyzyklischen aromatischen Kohlenwasserstoffe sowie Ruß nur eine geringe Eindringtiefe (Lehrbuch der Lebensmittelchemie, H.-D. BELITZ, 2007).

Die Erzeugung des Rauches kann unterschiedlich erfolgen: die traditionelle Räucherung erfolgt hauptsächlich durch das Einbringen von Glimmrauch in die Räucherammer. Darunter ist zu verstehen, dass das verwendete Smokmaterial (es sind ausschließlich Harthölzer zu verwenden) unter gedrosselter Luftzufuhr verglimmt. Das Smokmaterial kann bei dieser Methode in Form von Spänen, Sägemehl, mit oder ohne Gewürze, sowie auch ganze Holzscheite verwendet werden. Das meist verwendete Holz ist Buchenholz, da dieses ein ausgezeichnetes Räucheraroma und eine gleichmäßige goldbraune Räucherfarbe bewirkt.

Gewerbliche Betriebe verwenden vor allem Friktionsrauch, welcher durch Pressen eines Holzstückes (ebenfalls Buche) gegen einen Rotor entsteht. Eine weitere Möglichkeit besteht im Vernebeln von gereinigten Rauchkondensaten (Flüssigrauch) in der Räucherammer. Diese beiden Methoden weisen nur eine geringe Belastung an PAKs auf. (Räuchern, Pökeln, Würsten: Schwein, Rind, Wild; Franz S. WAGNER, 2006).

2.2 Die Entstehung von polyzyklischen aromatischen Kohlenwasserstoffen (PAKs)

PAKs sind Verbindungen, die aus mindestens einem oder mehreren kondensierten Benzolringen oder anderen aromatischen Systemen bestehen. Die Gruppe der PAKs umfassen bis zu 250 verschiedene Substanzen, von denen 16 Verbindungen von der amerikanischen Umweltbehörde (US-EPA) als besonders gesundheits- und umweltgefährdend gelten. Davon werden 6 Verbindungen (Benzo[a]pyren, Debenzo(a,h)anthracen, Benzo[a]anthracen, Benzo[b]fluoranthren, Benzo[k]fluoranthren, Indeno(1,2,3-cd)pyren) von der International Agency for Research on Cancer (IARC) als Stoffe mit hinreichendem Beweis für ihre kanzerogene Wirkung im Tierversuch klassifiziert (Chemische Vorgänge beim Pökeln und Räuchern; JIRA, W., Mitteilungsblatt BAFF 43, Nr. 163, 27,38; 2004).

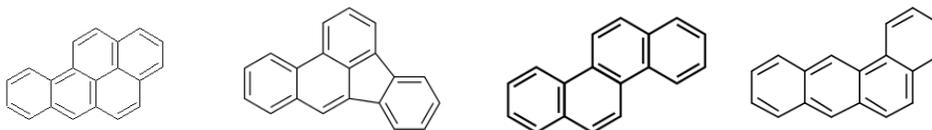


Abbildung 2-1 Struktur der PAK4: B[a]P, B[b]F, Chr und B[a]A

Auf natürlichem Weg entstehen PAKs durch Waldbrände und Vulkanausbrüche. Ebenso gelangen sie durch industrielle Prozesse wie Pyrolyse, Crackverfahren der Erdölindustrie, Wärmeerzeugung und Kraftfahrzeuge in die Atmosphäre. Aufgrund ihres hydrophoben Charakters werden die PAKs nicht sofort über den Niederschlag entfernt, sondern binden sich an Schwebeteilchen und werden durch Luftzirkulation und langsame Auswaschung oder Ablagerung gleichmäßig in den Böden verteilt. Dadurch können auch Pflanzen v.a. in Stadtnähe erhöhte Werte an PAKs aufweisen (Die Welt der polyzyklischen Aromaten, K. STREY, 2007).

In S.E. England wurden in einem Zeitraum von ca. 140 Jahren (1846 – 1980) regelmäßig Erdproben gesammelt und auf PAKs analysiert. Die Ergebnisse zeigten, dass die Konzentration an B[a]P von 18 auf 130 µg/kg gestiegen ist. Durch kontaminierte Pflanzen können PAKs über die Nahrungskette auch in Milch und Milchprodukte gelangen. Fische und Meeresfrüchte aus durch Öl verschmutzten Regionen der Ozeane weisen ebenfalls zum Teil sehr hohe Konzentrationen an PAKs auf (z.B.: Muscheln aus dem Golf von Neapel enthielten bis zu 130µg B[a]P/kg).

Zusätzlich entstehen PAKs in der Lebensmittelindustrie durch Pyrolyse infolge hoher Temperaturen (Trocknungsverfahren, Räucherprozesse) oder aber auch durch herabtropfendes Fett oder Öl auf die Feuer- bzw. Erhitzungsstelle wie etwa beim Grillen (Process-Induced Food Toxicants; STADLER R., 2009).

Studien in Großbritannien (DENNIS et al., 1983) sowie in den Niederlanden (DE VOS et al., 1990) haben ergeben, dass 50 % der durch die Nahrung aufgenommenen PAKs über Öle und Fette, 30 % über Cerealien, 8 – 10 % über Gemüse und 10 – 12 % über geräuchertes Fleisch sowie geräucherten Fisch aufgenommen werden. Somit liefern geräucherte Erzeugnisse erst dann einen deutlichen Beitrag an der Aufnahme von PAKs, wenn sie überdurchschnittlich konsumiert werden (Chemische Vorgänge beim Pökeln und Räuchern; JIRA, W., Mitteilungsblatt BAFF 43, Nr. 163, 27,38; 2004).

Die Intensität der genotoxischen sowie kanzerogenen Wirkung ist in erster Linie abhängig von der Molekülstruktur des PAK. Die Environmental Protection Agency (EPA) hat bekanntgegeben, dass das Vorhandensein der sogenannten Bay-Region die Tumorbildung in Tierversuchen begünstigt (siehe Abbildung 2-2). Durch die orale Aufnahme entstehen v.a. Tumore im Verdauungssystem (wie Dickdarmkrebs und Bauchspeicheldrüsenkrebs) (Process-Induced Food Toxicants; STADLER, R., 2009).

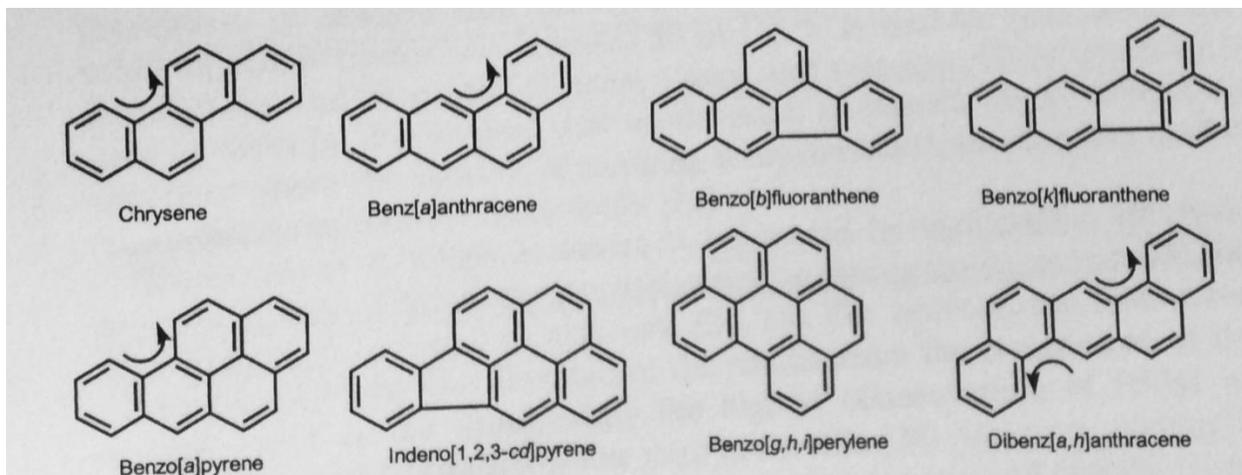


Abbildung 2-2 der kurve Pfeil zeigt die Bay-Region in Chr, B[a]P sowie B[a]A (Process-Induced Food Toxicants, STADLER)

PAKs sind biologisch inert und sogenannte Prokarzinogene. Das bedeutet, dass sie erst durch den Metabolismus in aktive Karzinogene umgewandelt werden. B[a]P wird über drei -Reaktionen in 7,8-dihydroxy-9,10-epoxy-7,8,9,10-tetrahydro-benzo[a]pyren umgewandelt. Dieses Stoffwechselprodukt fügt sich in die DNA ein indem es sich kovalent an die N² Position von Guanin bindet. Dadurch wird die Struktur der Doppelhelix der DNA verändert und jegliche Amplifikation der DNA gestört. Dies führt zur Bildung von Krebs (der Mechanismus ähnelt dem von Aflatoxin B1) (Principles of Food Toxicology; PÜSSA, T., 2014).

Daher sind PAKs auf EU-Ebene als Kontaminanten in der Verordnung (EG) 835/2011 einheitlich geregelt. Diese Regelungen beruhen auf dem ALARA-Prinzip (as low as reasonably achievable) (Österreichischer Ernährungsbericht, AGES, 2008).

Diese VO schreibt ab dem 1.9.2014 für geräuchertes Fleisch und geräucherte Fleischerzeugnisse einen Höchstgehalt an Benzo[a]pyren von maximal 2,0 µg/kg (zuvor 5 µg/kg) sowie einen Gesamthöchstgehalt an Benzo[a]pyren, Benzo[b]fluoranthren, Chrysen und Benzo[a]anthracen von 12,0 µg/kg vor (VO Nr. 835/2011).

Bereits im Jahr 2008 wurde von der European Food Safety Authority (EFSA) beschlossen, dass ein Höchstgehalt von B[a]P allein nicht als alleiniger Marker ausreichend ist, da in über 30 % der analysierten Proben unterschiedlichen Ursprungs kein B[a]P nachgewiesen werden konnte, jedoch bedenkliche Konzentrationen an anderen PAKs. Somit wurde ein weiterer Summengrenzwert an PAK4 eingeführt (Encyclopedia of Meat Sciences; DIKEMAN M., 2004).

Durch die unvollständige Verbrennung des Smokmaterials während der Räucherung werden die Holzbestandteile Zellulose (sowie Hemizellulose) und Lignin thermisch abgebaut. Dabei entstehen, abhängig von der Holzart und der Verbrennungstemperatur bzw. Glimmtemperatur, durch den pyrolytischen Zerfall der Cellulose vorwiegend aliphatische Carbonylverbindungen (Aldehyde wie Formaldehyd, Alkohole und Säuren) sowie heterozyklische Verbindungen (Furanderivate wie z.B. 2-Acetylfuran, Dimethylcyclopentenolon, Pyrrolderivate). Beim thermischen Zerfall von Lignin bilden sich niedermolekulare phenolische Substanzen, welche vorwiegend für den typischen Räuchergeschmack sowie das Aroma verantwortlich sind (z.B. Syringol, o-, p-, m-Kresole, Vanillin).

Kanzerogene PAKs entstehen wiederum durch thermische Dehydrierung sowohl aus den beiden Hauptkomponenten, vor allem aber aus den im Holz vorkommenden Lipiden, im Besonderen Wachse (Lehrbuch der Lebensmittelchemie und Ernährung, BELITZ, 2008).

Die Bildung von PAKs korreliert stark mit der Pyrolysetemperatur: sie beginnt bei etwa 400°C und nimmt fast linear mit steigender Temperatur zu. Bei ca. 800°C erreicht die Bildung an PAKs ihr Maximum (Fleischtechnologie; SIELAFF, H., 1996).

Um nun den Gehalt an PAKs in stark geräucherten Fleischwaren möglichst gering zu halten ist folgendes zu beachten:

Die Glimmtemperatur des Holzes ist möglichst gering zu halten (unter 400°C).

Wenn möglich Einschaltung geeigneter Filter (wirksamste Maßnahme).

Das Räuchergut sollte im Anschluss des Pökeln ausreichend Zeit zum „Trocknen“ haben (da auf feuchten Oberflächen von kalt eingebrachtem Räuchergut eine verstärkte Kondensation auftritt).

Generell gilt, dass die Kalträucherung geringere Kontamination aufweist als die Heißräucherung (zudem haben kaltgeräucherte Produkte, welche in Intervallen geräuchert werden sollten, eine höhere Geschmacksvielfalt sowie feine Reifenoten).

Wenn möglich sollte die Raucherzeugung außerhalb der Räucherammer stattfinden (je mehr Zeit zwischen Rauchentwicklung und Einwirkung auf die Fleischware verstreicht, desto geringer der zu erwartende Gehalt an PAKs).

Holzspäne sind Holzscheiten zu bevorzugen (da Holzscheite oft unkontrolliert hochbrennen und die Glimmtemperatur dadurch höher wird).

Als Alternative bietet sich die Anwendung von Rauchkondensaten an, welche praktisch frei von PAKs sind. Dabei wird frischer Rauch in Wasser aufgefangen und in der Räucherammer vernebelt (Räuchern, Pökeln, Würsten: Schwein, Rind, Wild; Franz S. WAGNER; 2006).

3 Aufgabenstellung

Diese wissenschaftliche Arbeit hat sich zum Ziel gesetzt, den Einfluss von

Fettgehalt,

Eiweißgehalt,

Wassergehalt

sowie der Platzierung innerhalb der Räucherammer

auf den Gehalt von PAK4 in traditionell geräucherten Bauch- sowie Karreespeckwaren zu ermitteln.

4 Material und Methode

4.1 Verwendete Rohstoffe/Produkte

Es wurden Bauch- sowie Karreespeckproben der Firma Margrit Heritzer (Buschenschank) in Pollheim bei St. Michael im Lavantal in Kärnten analysiert.

Diese wurden eigens für den Versuch

In 400 – 500 g Stücke portioniert,

an festgelegten Positionen im Räucherwagen aufgehängt,

48 Stunden mittels traditionellem Glimmrauchverfahren warm geräuchert (38 – 42 °C)

und anschließend in Aluminiumfolie ins Labor transportiert.

Bis zur Homogenisierung wurden diese im Kühlschrank aufbewahrt und im Anschluss der Homogenisierung im Tiefkühlschrank bei – 18°C bis zu den Analysen gelagert.

Für die Analysen wurden folgende Geräte zur Homogenisierung und zur Reinstwasserherstellung verwendet:

Fleischwolf (METTLER-TOLEDO GmbH, Typ WMQ 22/82 IM, 2002, Deutschland)

Reinstwasser-Anlage (Millipore, Milli-Q-Gradient, 2007, Deutschland)

4.2 Bestimmung des Wassergehalts

4.2.1 Geräte

Trockenschrank (Heraeus Instruments, Typ UT6060, Deutschland)

Schalen aus Nickel mit flachem Boden

Analysenwaage mit 1 mg Ablesegenauigkeit (Sartorius AG, Model ME 215P-0CE, Deutschland, d = 0,01 mg)

Exsikkator, beschickt mit Kieselgel

4.2.2 Materialien

Seesand, ausgeglüht (bei 550 – 600 °C) (J.T. BAKER, Sand, Niederlande, Nr. 0133)

Kieselgel mit Feuchtigkeitsindikator

Glasstab

4.2.3 Analytische Methode

Referenzmethode

Deutsche Amtliche Sammlung von Untersuchungsverfahren nach § 64 LFGB BVL L06.00-3, 2004-07

Prinzip der Methode

Nach dem Vermischen der Probe mit Seesand wird der Wassergehalt der Probe durch Trocknung im Trockenschrank und anschließender Wägung des Trocknungsrückstandes bestimmt.

Durchführung

Es wurden ca. 30 – 35 g Seesand inklusive Glasstab in der Schale eingewogen und anschließend 5 – 10 g +/- 0,001 g homogenisierte Probe genau dazu gegeben. Von jeder Probe wurden immer zwei getrennte Bestimmungen angesetzt (Abweichungen der Doppelproben maximal 1 %).

Das Gesamtgewicht wurde für spätere Berechnungen notiert. Die Probe und der Sand wurden mit dem Glasstab gleichmäßig verrieben (auf dunklem Untergrund) um eventuelle Verluste an Sand und Probe zu erkennen und gegebenenfalls rückzuführen. Danach wurde die Schale im Trockenschrank bei 103 +/- 2 °C für 4 h getrocknet. Im Anschluss wurde die Schale zum Abkühlen im Exsikkator aufbewahrt und die abgekühlte Probe bis zum Erreichen der Massenkonstanz mit jeweils 30 minütiger Trocknungszeit wiederholt (Massenänderung maximal 5 mg). Für die Berechnungen wurde der niedrigste notierte Wert herangezogen.

Berechnungen

Der Wassergehalt wurde wie folgt berechnet:

Formel 4-1 Berechnung des Wassergehaltes bzw. der Trockenmasse

$$\text{Wassergehalt [\%]} = (a - b) * 100/E$$

$$\text{Trockenmasse [\%]} = 100 - \text{Wassergehalt}$$

- a Gesamtgewicht der Schale mit Einwaage vor der Trocknung in g
- b Gesamtgewicht der Schale mit Einwaage nach der Trocknung in g
- E Einwaage der Probe in g

4.3 Bestimmung des Fettgehaltes

4.3.1 Geräte/Equipment

Aufschlussgerät Büchi (Hydrolysis Unit B 411 von BÜCHI Labortechnik AG, Schweiz)
Soxhlet-Apparatur Büchi (Extraction System B-811 von BÜCHI Labortechnik AG, Schweiz)
300 ml Kjeldahlkolben
Glasritze
100 ml Kolbenhubpipette
Glasperlen
Mikrowelle (Mikrowellenherd von SHARP, R-33-STD)

4.3.2 Materialien

Reinstwasser
HCL 37 % (von ChemLab NV, Best.Nr. CL00.,031.2500, Belgien)
Celite 545 (von MERCK, Best.Nr. 1.02693.1000, Deutschland)
Seesand p.a. (von J.T.BAKER, Best.Nr. 0133, Niederlande)
PE, Siedebereich 40 – 60 °C (von LGC Standards GmbH, Best.Nr. SO-1320-1302, Deutschland)
Zigarettenpapier, fettfrei

4.3.3 Analytische Methode

Referenzmethode

Deutsche Amtliche Sammlung von Untersuchungsverfahren nach §64 LFGB BVL L06.00-6 2014-08 Gesamtfett in Fleisch und Fleischerzeugnissen nach Säureaufschluss

Prinzip der Methode

Die Probe wird mit Säure aufgeschlossen, filtriert, getrocknet und nach Soxhlet mit PE extrahiert.

Durchführung

Aufschluss

4 N Salzsäure wurde vorbereitet (334 ml HCL 37 % + 666 ml RW) sowie wurden Glasfritten mit einem Dosierlöffel Seesand und darauf einem Dosierlöffel Celite befüllt. Die Glasfritten wurden in die dafür vorgesehenen Positionen im Aufschlussblock gesteckt.



Abbildung 4-1 Aufschlussblock von BÜCHI (www.buchi.com)

Es wurden je Probe 2 x 3 – 5 mg homogenisierte Probe (Zimmertemperatur) in einen 300 ml Kjeldahl Kolben eingewogen, mit einem Zigarettenpapier, einem Dosierlöffel Celite sowie einigen Glasperlen versetzt und 150 ml HCL 4 N zugegeben, sodass keine Probe an der Kolbenwand verblieb.

Der Kolben wurde in die Aufschlusseinheit gebracht, die Absaugung montiert, Glasfritten fixiert und die Aufschlusseinheit auf Heizposition 3 zurückgestellt. Zugleich wurde die Wasserstrahlpumpe eingeschaltet. Der Frittenlift wurde hochgestellt und die Probenlösung ca. 1,5 h aufgeschlossen (leichtes Sieden).

Nach den 1,5 h wurde der Frittenlift gesenkt und so die Aufschlusslösung in die Fritten abgesaugt. Die Fritten wurden so lange mit heißem Wasser nachgespült bis kein Fett mehr im Aufschlusskolben sichtbar war. Danach wurden die Absaugrohre unter Vakuum von den Fritten gelöst.

Anschließend wurden die Filter, in denen sich das gelöste Fett befindet, jeweils in einem 250 ml Becherglas gestellt und zum Trocknen in die Mikrowelle gestellt (zuerst 12 min bei 600 Watt, danach 12 min bei 440 Watt).

Es folgte die Extraktion:

Die getrockneten Fritten wurden in die Extraktionsapparatur gestellt. Die Soxlethbecher wurden inklusiver Glasperlen gewogen (auf 0,1 mg genau) und mit jeweils 170 ml PE gefüllt. Diese wurden in den Extraktor gestellt, die Apparatur dicht verschlossen und das Kühlwasser eingeschaltet. 3 h wurde nun extrahiert und im Anschluss wurde der Ventilhebel nach hinten gedrückt (geöffnet), wodurch der PE in einen Auffangbehälter abdestilliert wurde.



Abbildung 4-2 Extraktionsapparatur von BÜCHI (www.buchi.com)

Sobald die Soxlethbecher lösungsmittelfrei waren, wurde der Extraktor ausgeschaltet und die Apparatur zur Entnahme der Becher geöffnet. Die Soxlethbecher wurden für ca. 1 h im Trockenschrank bei 103 °C getrocknet. Zuletzt wurden sie im Exsikkator auf Raumtemperatur abgekühlt und schließlich rückgewogen (auf 0,1 mg genau). Lagen die beiden Proben mehr als 0,3 g/100 g auseinander so wurde die Messung wiederholt.

Berechnung

Der Fettgehalt in g/100 g wurde wie folgt berechnet

Formel 4-2 Berechnung des Fettgehaltes

$$\text{Fettgehalt} = (a - b) * 100/E$$

- a Gewicht des Soxlethbechers nach der Extraktion (mit Glasperle und Fett) in g
- b Gewicht des Soxlethbechers vor der Extraktion (leer, mit Glasperlen) in g
- E Einwaage der Probe in g

4.4 Bestimmung des Eiweißgehaltes

4.4.1 Geräte/Equipment

Stickstoffanalysator nach Dumas-Prinzip (LECO Instrumente GmbH, TruSpec® N, 2006, Deutschland)

Analysenwaage (Sartorius AG, Sartorius Genius Model ME 215P – OCE, d = 0,01 mg)

4.4.2 Materialien

Sauerstoff Reinheit 99,995 % (Air Liquide)

Helium Reinheit 99,996 % (Air Liquide)

Pressluft, öl- und wasserfrei

Zinnfolien (LECO Instrumente GmbH, Tin Foil Cups, 502-186-200, Schweiz)

Stickstoffstandardverbindungen

z.B.: EDTA (Ethylendiamintetraessigsäure 9,95 % N₂) mit zertifizierter Genauigkeit (LECO USA, PartNo 502-092, mit C % = 41,07 +/- 0,13, H % = 5,55 +/- 0,03, N % = 9,56 +/- 0,02)

z.B. Rice Flour 1 % N₂ mit zertifizierter Genauigkeit (LECO USA, PartNo 502-278, mit C % = 43,66 +/- 0,33, H % = 6,49 +/- 0,05, N 5 = 1,03 +/- 0,0306, S % = 0,090 +/- 0,04)

4.4.3 Analytische Methode

Referenzmethode

BVL 06.00-20 Dezember 2003 Stickstoffgehalt von Fleisch und Fleischerzeugnisse; Verfahren nach Dumas

Prinzip der Methode

Das Prinzip beruht auf der Stickstoffbestimmung von Dumas:

Die eingewogene Probe wird in Sauerstoffatmosphäre verbrannt, störende Gasbestandteile aus dem entstandenen Gasmisch werden entfernt und die Stickstoffverbindungen werden zu molekularem Stickstoff umgewandelt um diese mit einem Wärmeleitfähigkeitsdetektor quantitativ zu erfassen. Anschließend wird der Rohproteingehalt berechnet.

Durchführung

Vor Beginn der Probenmessungen wurde die Kalibrierung mittels Kontrollstandards (EDTA) gemessen. Erst dann wurden ca. 0,2500 g der Probe (auf 0,0001 g genau notiert) in die

entsprechende Folie eingewogen und gut verschlossen. Die Einwaagen von Standard und Proben wurden in die Sampletabelle eingetragen und der Stickstoffgehalt mittels Stickstoffanalysator gemessen. Pro Probe wurden 3 Messungen durchgeführt.

Berechnung

Mittels Gesamtstickstoffgehaltes wurde über den Umrechnungsfaktor $F = 6,25$ (für Fleisch und Fisch) der Roheiweißgehalt berechnet.

Formel 4-3 Berechnung des Rohproteingehaltes

$$\text{Rohproteingehalt [\%]} = \text{Stickstoffgehalt [\%]} * \text{Umrechnungsfaktor } F$$

4.5 Bestimmung des Gehaltes an PAKs

4.5.1 Geräte/Equipment

Analysenwaage (Analysenwaage von Sartorius AG Göttingen, Ser.No. 50107172, TYP LC621P-0CE, 1995, Deutschland, mit $d = 0,001$ g)

Abzug (von Renggli AG, Typ ARTA 150, BJ 2008, Schweiz)

100 ml Messzylinder +/- 0,5 ml

250 ml Messzylinder +/- 1,0 ml

500 ml Messkolben +/- 2,5 ml

500 ml Braunglasrundkolben

25 ml Spitzrundkolben

Bechergläser

500 ml konische Scheidetrichter

2 L Eluenten-Behälter

Rückflusskühler

Reinstwasser-Maschine

Kochplatte inklusive Thermometer (von IKA®-Werke GmbH & Co.KG, RCT Basic und Temperaturmessfühler PT 1000.60; Deutschland)

Wasserbad (von IKA®-Werke GmbH & Co.KG, HB 4 digital, Deutschland)

pH-Papier(von MERCK; Best.Nr. 1.09535.0001, pH Indicator Stripes pH 0 – 14, non bleeding, Deutschland)

Vakuumpumpe inklusiver Kontrolleinheit (von Vacuubrand GmbH & CO KG, Vacuumcontroller CVC 211 und Diaphragm Pump MZ2C, Deutschland)

Vakuumrotationsverdampfer/Rotovapor (von Heidolph Instruments GmbH & CO.KG, WB 2000 und VV 2000, Deutschland)

SPE Vorrichtung (von SIGMA-Aldrich, SUPELO VISIPREP™ Cat.No 5-7030, USA)

Ultraschallbad (von Elma® Ultrasonics, Transsonic 780/H, Deutschland)

Membranfilter: 0,45 – 0,5 µm, (von Whatman, Spartan 13/0,45 RC, Best.Nr. 10463032)

2,5 ml Spritze (von HAMILTON Company, Nr. 1002 L, USA)

1,5 ml Vials inklusive Verschlusskappen und Membran (von VWR International, Vial Cat.No 548-0420, Membran Cat.No. 548-0026, Wien sowie Verschlusskappen von Machery-Nagel, Nr. 702431, USA)

HPLC-Anlage (von HITACHI High Technologie, Elite LaChrom, Tokyo)

bestehend aus Eluenten-Abstellplatz (Organizer PartNr. 890-0853)

Autosampler (Autosampler L-2200 890-02012)),

Gradientenpumpe (Pump L-2130 890-0152),

Säulenofen (Column Oven L-2300 890-0302)

Fluoreszenz-Detektor (FI-Detector L-2300 890-0472),

automatisches Auswertesystem (Software EZ Chrom Elite System Component)

RP-Trennsäule inklusive Vorsäule (von MERCK; Säule suchen, LiChroCART® LiChrosphere®PAH 5 µm, Best.Nr. 1.50148.0001, Deutschland)

4.5.2 Materialien

Acetonitril (Acetonitril LC_MS grade, von ChemLab, Best.Nr. CL00.01094.2500, Belgien)

Petrolether 20 – 60 °C, picograde (von LGC Standards GmbH, Best.Nr. SO-1320-1302, Deutschland)

Dichlormethan für die Gaschromatographie (von MERCK, Best.Nr. 1.06054.1000, Deutschland)

Cyclohexan, HPLC grade (von ChemLab, Best.Nr. CL00.0377.2500, Belgien)

Ethanol, 98% (Ethanol absolute HPLC grade, von ChemLab, Best.Nr. CL00.0529.2500, Belgien)

Kaliumhydroxid-Plättchen (von MERCK; Best.Nr. 1.05033.1000, Deutschland)

SPE-Silica-Säule (von J.T. Baker Nr. 7086-07 Silica 1000 mg/6ml, Deutschland)

Standardsubstanzen:

B[a]P, 98% z.B.: Ehrendorfer Standard: 10 ng/µl in ACN (von Ehrendorfer Standard, L20635000 AL, Deutschland)

B[a]A, 98% z.B.: Ehrendorfer Standard: 10 ng/µl in ACN (von Ehrendorfer Standard, L20545000 AL, Deutschland)

B[b]F, 98% z.B.: Ehrendorfer Standard: 10 ng/µl in ACN(von Ehrendorfer Standard, L20565000 AL, Deutschland)

Chr, 98% z.B.: Ehrendrofer Standard: 10 ng/µl in ACN (von Ehrendorfer Standard, L20670000 AL, Deutschland)

Interne Standardsubstanz:

B[b]Chr, 98%, z.B.: Ehrendorfer Standard: 10 ng/µl in ACN (von Ehrendorfer Standard, L20550000 AL, Deutschland)

Ringversuch Material

Reinstwasser

4.5.3 Analytische Methode

Referenzmethode

Offizielle Methode zur Bestimmung des Benzo[a]pyrengehaltes von Kaffee gemäß dem Erlass vom 19.07.85, veröffentlicht im Amtsblatt der französischen Republik vom 18.08.85

Verordnung (EG) Nr. 333/2007 zur Festlegung der Probenahmeverfahren und Analysenmethoden für die amtliche Kontrolle der Gehalte an Blei, Cadmium, Quecksilber, anorganischen Zinn, 3-MCPD und Benzo[a]pyren in Lebensmitteln

Prinzip der Methode

Die homogenisierte Probe wird zuerst in ethanolischer Kalilauge bei 90°C verseift und anschließend mit Cyclohexan extrahiert. Der Extrakt wird mittels SPE aufgereinigt und an einer RP-Trennsäule mittels HPLC-FLD bestimmt.

Durchführung

Vorbereitende Arbeiten

Die Eluenten Reinstwasser (A) und ACN (B) wurden im Ultraschallbad entgast. Für die ethanolische Kalilauge wurden 28,0 g KOH-Plättchen in einem 500 ml Messkolben eingewogen, in 30 ml RW im Abzug gelöst und sobald die Lösung abgekühlt war, wurde mit EtOH bis zur 500 ml Marke aufgefüllt.

Probenvorbereitung

4,000 g der homogenisierten Probe wurden in einem 500 ml Braunglasrundkolben mit 100 ml ethanolischer KOH versetzt und bei 90°C im Wasserbad 1 h mit Rückflusskühler gekocht. Im Anschluss wurde der Braunglasrundkolben für 10 – 15 min am Stativ abgekühlt und über den Rückflusskühler mit 200 ml Cyclohexan versetzt. Es wurde für weitere 5 min bei 90°C gekocht, auf 60 – 70 °C abgekühlt, über den Rückflusskühler wurden 100 ml temperiertes RW (60°C) zugefügt und in einen 500 ml Scheidetrichter überführt. Die Phasen wurden 1 Minute lang kräftig geschüttelt, wobei zu beachten war, dass am Anfang immer wieder der Hahn des Scheidetrichters geöffnet wurde um zu Entgasen. Dann wurde, sobald die organische Phase deutlich von der wässrigen Phase getrennt war, die untere wässrige Phase abgetrennt und verworfen.

Um etwaige Rückstände im Braunrundglaskolben nicht zu verlieren, wurde weitere 2 mal je 100 ml RW in den Braunglasrundkolben gegeben, in den Scheidetrichter überführt und erneut geschwenkt (vorsichtig für etwa 10 Sekunden da sonst viel Schaum entsteht). Die Phasen wurden getrennt und der pH Wert der wässrigen Phase wurde mit pH-Papier auf die Abwesenheit von KOH kontrolliert. Sobald die wässrige Phase alkalifrei war, wurde der Extrakt in einen 250 ml Messzylinder überführt und das Volumen für spätere Berechnungen notiert (um etwaige Verluste während der Extraktion zu berücksichtigen). Falls die wässrige Phase nach 3 x 100 ml RW waschen noch nicht alkalifrei war, wurde erneut mit 100 ml RW gewaschen.

Anschließend wurde der Extrakt in einen frischen 500 ml Braunglasrundkolben überführt und am Rotovapor bei 40°C unter 130 mbar Vakuum auf ca. 5-10 ml eingeengt. Das Konzentrat wurde nun in einen 25 ml Spitzkolben überführt (2 mal mit 3 ml CH spülen) und ebenfalls am Rotovapor verdampft bis fast zur Trockene (möglichst kleines Volumen, jedoch nicht bis zur Trockene, da sonst Probenrückstände am Glas verbleiben die nur schwer zu lösen sind). Das Cyclohexan-Probengemisch wurde mit 3 ml PE im Ultraschallbad gelöst und auf die zuvor mit 2 ml PE aktivierte Silica-SPE-Säule direkt aufgetragen.

Der Extrakt wurde tropfenweise durch die Säule mittels über Verbindungsstück aufgesteckter Spritze gepresst und der gereinigte Extrakt wurde in einem neuen 25 ml Spitzkolben aufgefangen, jedoch musste darauf geachtet werden, dass die SPE Säule nie trocken läuft. Der Spitzkolben wurde ein weiteres Mal mit 3 ml PE gespült, der Extrakt auf die SPE Säule aufgetragen und durch die Silica-Säule gepresst.

Anschließend wurde noch 2 mal je 2 ml PE + DCM (3 + 1, vol/vol) auf die Säule aufgetragen um verbleibende PAK Moleküle von der Säule zu eluieren. Die verbleibende Flüssigkeit der SPE Säule wurde nun komplett in den darunter liegenden Spitzkolben gepresst, der erhaltene Extrakt am Rotovapor bis zur Trockene eingengt (ca. 20 Sekunden), in 1 ml ACN im Ultraschallbad angelöst und über μ -Filtration in ein 1,5 ml HPLC Vial überführt, welches in den temperierten Autosampler gestellt wurde.

Jeder Glasbehälter, der mit der Probe in Berührung kam, wurde – sobald er nicht mehr benutzt wurde – sofort mit heißem Wasser ausgewaschen um etwaige Rückstände zu eliminieren (PAKs neigen dazu an Glas zu adsorbieren). Anschließend wurden die Glaswaren im Geschirrspüler mit speziellen Waschvorgang (zweimaliges Spülen) gereinigt.

Die HPLC-Bedingungen waren folgende (siehe Tabelle 4-1)

Tabelle 4-1 HPLC Bedingungen der PAK Analysen

Ofentemperatur	25°C
Flow/Flussrate	0,7 ml/min
Mobile Phase A	Reinstwasser
Mobile Phase B	ACN
Säule	Lichrospher PAH (5 μ m) + Vorsäule, 250 x 3 mm
Injektionsvolumen	10 μ l
Detektor	Fluoreszenz
Methode	4PAK+ISTD 65` .met

Es wurde mit folgendem Gradienten (siehe Tabelle 4-2 bzw. Abbildung 4-3) analysiert

Tabelle 4-2 Einstellungen des Gradienten

Zeit [min]	Mobile Phase A [%]	Mobile Phase B [%]
0	40	60
5	40	60
39	8	92
40	0	100
57,9	0	100
60	40	60
65	40	60

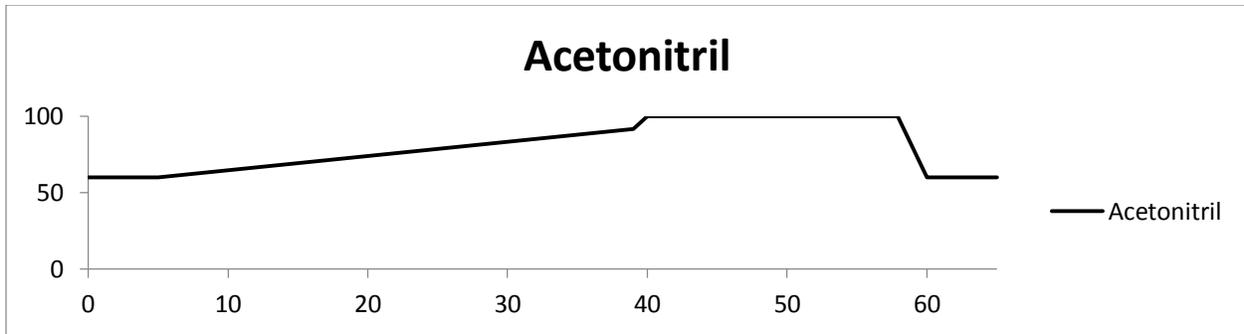


Abbildung 4-3 graphische Darstellung des Gradienten

Die Wellenlängeneinstellungen des Fluoreszenz-Detektors sind der Tabelle 4-3 zu entnehmen.

Tabelle 4-3 Wellenlängeneinstellungen des FI-Detektors

Zeit [min]	Extinktions-Wellenlänge. [nm]	Emissions-Wellenlänge. [nm]
0	290	430
13,7	280	420
28,5	265	380
33,0	290	430

Die Retentionszeiten wurden wie in Tabelle 4-4 über das Softwareprogramm EZ ChromElite am Computer eingestellt.

Tabelle 4-4 Retentionszeiten der PAKs

PAK	RT [min]
Benzo[a]anthracen	26,6 +/- 0,6
Chrysen	29,1 +/- 0,6
Benzo[b]fluoranthen	34,9 +/- 0,6
Benzo[a]pyren	40,9 +/- 0,6
Benzo[b]chrysen (ISTD)	53,9 +/- 0,6

Kalibrierung der HPLC-Anlage

Es wurde in einem verschließbaren 10 ml Röhrchen eine Stammlösung aller 4 PAKs + ISTD mit einer Konzentration von $c(\text{PAK4} + \text{ISTD}) = 0,1 \mu\text{g/ml}$ in ACN hergestellt. Aus dieser Stammlösung wurden folgende Konzentrationen (Tabelle 4-5) für die Kalibrierung hergestellt:

Tabelle 4-5 STD Konzentrationen der Kalibriergeraden

Level	Konzentration [µg/ml]	Level	Konzentration [µg/ml]
1	0,0001	6	0,005
2	0,0002	7	0,01
3	0,0005	8	0,02
4	0,001	9	0,05
5	0,002		

Die Kalibrierung erfolgt für jeden PAK sowie ISTD einzeln durch Ermittlung der detektierten Fläche unterhalb der Peaks gegenüber der Konzentration [µg/ml] (siehe Abbildung 4-4).

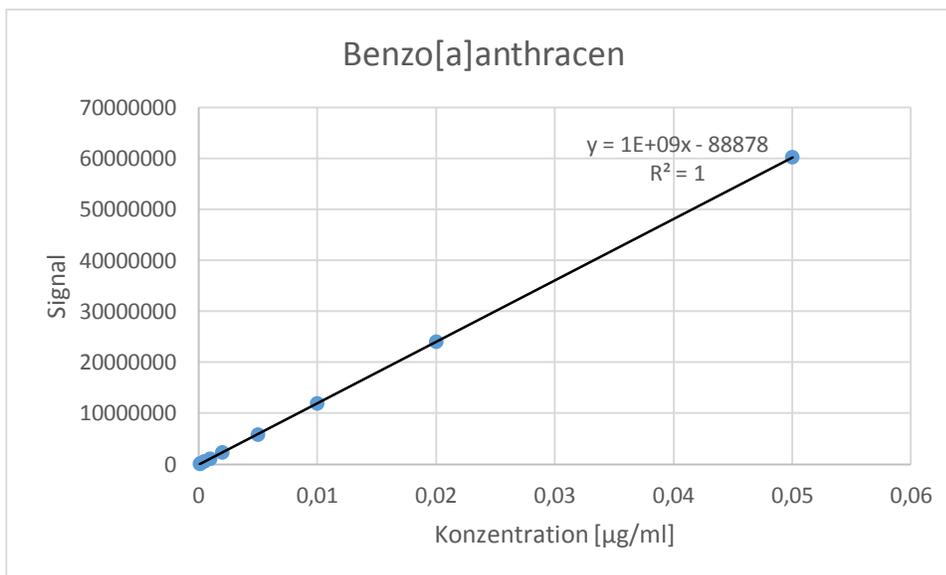


Abbildung 4-4 Kalibriergerade von BAA

Zu Beginn jeder Messreihe wurde die Kalibrierung mittels einer Standardlösung (Mischung aller 4 PAKs sowie dem internen STD) von $c = 0,2 \mu\text{g/ml}$ überprüft. Da die Methode für Single-Messungen validiert wurde, wurden zur zusätzlichen Überprüfung 10 % der Speckproben mit einer PAK-Konzentration von $0,01 \mu\text{g/ml}$ (PAK4 + ISTD) aufdotiert.

Berechnungen

Der Gehalt an PAK4 in µg/kg Speck wurde mittels folgender Berechnung ermittelt:

Formel 4-4 Berechnung des Gehaltes an B[a]P, B[a]A, Chr, B[b]F bzw. B[b]Chr

$$PAK\ Probe = conc\ HPLC * \frac{200}{Vol} * \frac{1000}{E} * \frac{100}{WF}$$

PAK Probe	Konzentration von B[a]P, B[a]A, B[b]F, Chr in µg/kg in der Probe
Conc HPLC	mittels Kalibriergeraden ermittelte Konzentration der HPLC in µg/ml
Vol	notiertes Volumen der organischen Phase/des Extraktes in ml
E	Einwaage der Probe in g
WF	Wiederfindung des ISTD in %

Wobei sich die WF des ISTD wie folgt berechnet:

Formel 4-5 Berechnung der Wiederfindung des ISTD

$$WF = (conc\ ISTD / 0,02) * 100$$

WF	Wiederfindung des ISTD B[b]CHR in %
Conc ISTD	mittels Kalibriergeraden ermittelte Konzentration des ISTD der HPLC in µg/ml

5 Versuchsdurchführung

Folgende Versuchsdurchführung wurde drei Mal wiederholt, je Durchgang wurden 8 Proben Bauchspeck (1 x ca. 6 kg) sowie 8 Proben Karreespeck (2 x ca. 3 kg) geräuchert.

Die Proben wurden im Anschluss des Pökeln für 24 Stunden am Räucherwagen zur Trocknung aufgehängt. Vor Beginn der Räucherung wurden sowohl vom Karreespeck als auch vom Bauchspeck 500 g Stücke portioniert und an festgelegten Positionen am Räucherwagen aufgehängt.

Die Probenplatzierung erfolgte wie in Tabelle 5-1.

Tabelle 5-1 Schema der Probenplatzierungen auf dem Räucherwagen

BS A.O./A.U.					KS A.O./A.U.
		BS I.O./I.U.	KS I.O./I.U.		
		KS I.O./I.U.	BS I.O./I.U.		
KS A.O./A.U.					B.S. A.O./A.U.

BS Bauchspeck

KS Karreespeck

A.O. Außen Oben

A.U. Außen Unten

I.O. Innen Oben

I.U. Innen Unten

Der Räucherwagen wurde mitsamt der portionierten Proben sowie der für den Betrieb zu räuchernden Speckwaren in die Räucherammer geschoben und für 48 Stunden bei 38 – 42 ° C geräuchert, wobei der Wagen nach 24 Stunden um 180 ° gedreht wurde und neue Holzscheite zur Verglimmung eingebracht und angefeuert wurden.

Zur Räucherung wurden 2 Jahre getrocknete Buchenholzscheite verwendet. Die gemessene Rauchtentstehungstemperatur war bei jeder Räucherung zwischen 550 bis 580°C. Im Anschluss der Räucherung wurde der Wagen aus der Räucherammer geschoben und nach ca. 2 – 4 Stunden Abkühlzeit wurden die einzelnen 500 g Stücke in Alufolie verpackt und ohne zusätzliche Kühlung innerhalb 1 Stunde ins Labor transportiert. Dort wurden sie bis zur Homogenisierung (noch am selben, spätestens am Tag darauf) im Kühlschrank aufbewahrt. Die mit dem Fleischwolf homogenisierten Proben wurden im Tiefkühlschrank bei – 18°C bis zu den jeweiligen Analysen (Fett-, Eiweiß-, Wasser- und PAK-Bestimmung) aufbewahrt.

6 Versuchsergebnisse und Diskussion

Der Fettgehalt der Karreespeckproben betrug durchschnittlich 33,6 g/100g, der vom Bauchspeck im Durchschnitt 40,6 g/100g (siehe Tabelle 6-1).

Tabelle 6-1 Zusammenfassung des Fettgehaltes aller Durchgänge

Durchgang	Fett Min [g/100g]		Fett Max [g/100g]		Mittelwert Fett [g/100g]		Standardabweichung	
	KS	BS	KS	BS	KS	BS	KS	BS
R1	36,7	40,7	44,9	50,6	40,2	46,1	2,38	4,36
R2	18,5	32,1	35,8	43,7	29,1	37,9	5,08	4,57
R3	19,5	33,5	40,3	41,9	31,6	37,8	5,84	3,24
Gesamt	18,5	32,1	35,8	41,9	33,6	40,6	4,43	4,07

Der Wassergehalt lag bei allen Proben bei ca. 42,8 g/100g, wobei KS teilweise einen leicht höheren Wert hatte (siehe Tabelle 6-2).

Tabelle 6-2 Zusammenfassung des Wassergehaltes aller Durchgänge

Durchgang	Wasser Min [g/100g]		Wasser Max [g/100g]		Mittelwert Wasser [g/100g]		Standardabweichung	
	KS	BS	KS	BS	KS	BS	KS	BS
R1	36,2	31,7	42,1	42,0	39,5	36,8	1,87	1,87
R2	42,4	38,2	57,3	47,5	48,2	42,6	4,07	3,61
R3	41,0	40,8	49,8	49,5	45,6	44,3	3,37	3,25
Gesamt	36,2	40,8	42,1	49,5	44,4	41,2	3,10	2,91

Der durchschnittliche Eiweißgehalt der KS-Proben lag zwischen 17 und 21 g/100g, der der BS-Proben weiter darunter bei 15 – 17 g/100g (siehe Tabelle 6-3).

Tabelle 6-3 Zusammenfassung der Eiweißgehalte aller Durchgänge

Durchgang	Eiweiß Min [g/100g]		Eiweiß Max [g/100g]		Mittelwert [g/100g]		Standardabweichung	
	KS	BS	KS	BS	KS	BS	KS	BS
R1	15,2	15,2	18,4	18,4	17,1	14,6	1,17	0,85
R2	17,9	15,1	29,3	18,7	21,0	17,0	3,04	1,13
R3	16,2	15,3	23,5	18,2	20,0	17,0	1,85	1,78
Gesamt	15,2	15,1	18,4	18,2	19,4	16,2	2,02	1,25

Der Grenzwert von PAK-Gesamt 12 µg/kg wurde bei keiner Probe überschritten (Tabelle 6-4). Betriebseigene Fleischwaren werden im Anschluss der 24 h Räucherung bis zu 8 Wochen im Klimaraum bei konstanten 25 °C weiter getrocknet, somit ist zu erwarten dass die Werte auf Grund des zusätzlichen Wasserverlustes steigen. Jedoch muss auch berücksichtigt werden, dass während eines betriebseigenen Räuchervorganges die Speckstücke im Ganzen, also bei BS in ca. 6 kg Stücken und bei KS in ca. 3,5 kg Stücken, geräuchert werden und daher die mit Rauch in Berührung kommende Oberfläche geringer und somit auch der Gehalt an PAKs weniger ist.

Tabelle 6-4 Zusammenfassung der Summer aller PAK4

Durchgang	PAK4 Min [µg/kg]		PAK4 Max [µg/kg]		Mittelwert PAK4 [µg/kg]		Standardabweichung	
	KS	BS	KS	BS	KS	BS	KS	BS
R1	2,15	1,91	4,73	6,88	3,06	3,87	1,07	1,85
R2	3,66	3,79	7,11	8,03	4,97	5,64	1,46	1,71
R3	3,09	4,35	4,28	7,12	4,57	5,34	0,91	0,90
Gesamt	2,15	1,91	7,11	6,88	4,20	4,95	1,15	1,49

Auch der vorgeschriebene Höchstwert von 2 µg B[a]P/kg wurde nicht erreicht, wobei auch hier gilt dass die Werte durch eine anschließende 8 wöchige Trocknung steigen würden sowie dass eine Räucherung im Ganzen wiederum eine Minimierung der Werte zur Folge hätte (siehe Tabelle 6-5).

Tabelle 6-5 Zusammenfassung der Konzentrationen an B[a]P aller Durchgänge

Durchgang	B[a]P Min [µg/kg]		B[a]P Max [µg/kg]		Mittelwert B[a]P [µg/kg]		Standardabweichung	
	KS	BS	KS	BS	KS	BS	KS	BS
R1	0,27	0,29	0,68	0,82	0,41	0,50	0,14	0,20
R2	0,63	0,65	1,40	1,64	0,92	0,97	0,28	0,35
R3	0,59	1,08	1,23	1,44	1,04	1,30	0,25	0,19
Gesamt	0,27	0,29	1,40	1,64	0,79	0,92	0,22	0,25

In den Abbildungen 6-1 bis 6-8 ist zu erkennen, dass der Fettgehalt nicht mit der Konzentration an PAK4 korreliert.

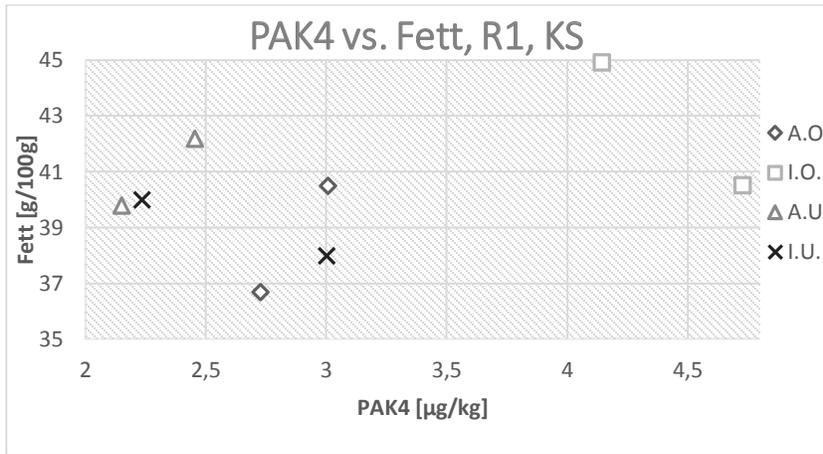


Abbildung 6-1 Gehalt an PAK4 [µg/kg] vs. Gehalt an Fett [g/100g] in KS, R1

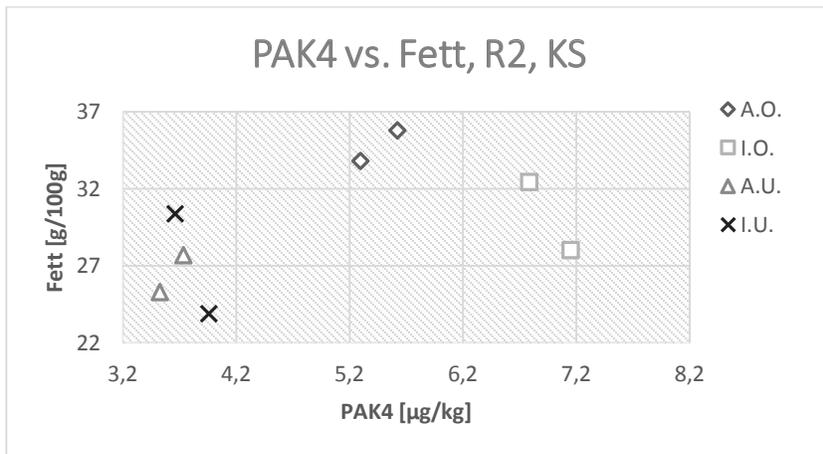


Abbildung 6-2 Gehalt an PAK4 [µg/kg] vs. Gehalt an Fett [g/100g] in KS, R2

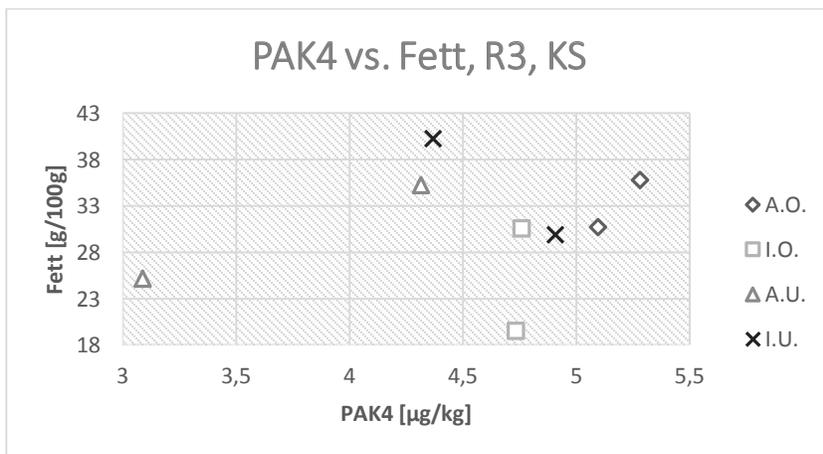


Abbildung 6-3 Gehalt an PAK4 [µg/kg] vs. Gehalt an Fett [g/100g] in KS, R3

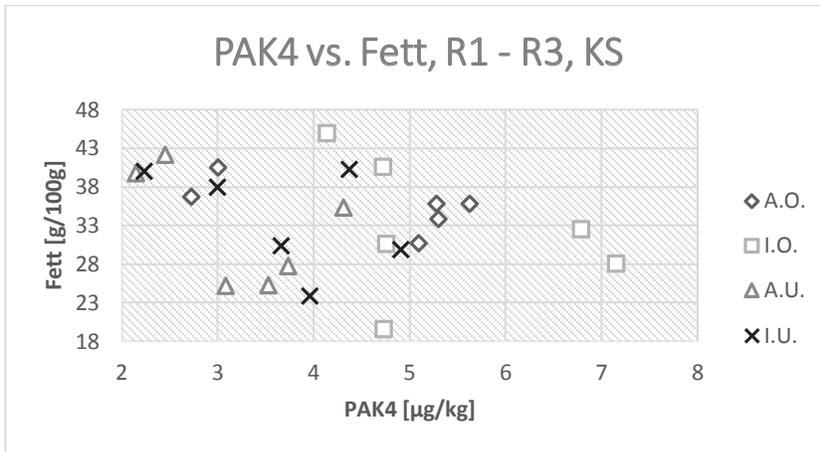


Abbildung 6-4 Gehalt an PAK4 [µg/kg] vs. Gehalt an Fett [g/100g] in KS, R1-R3

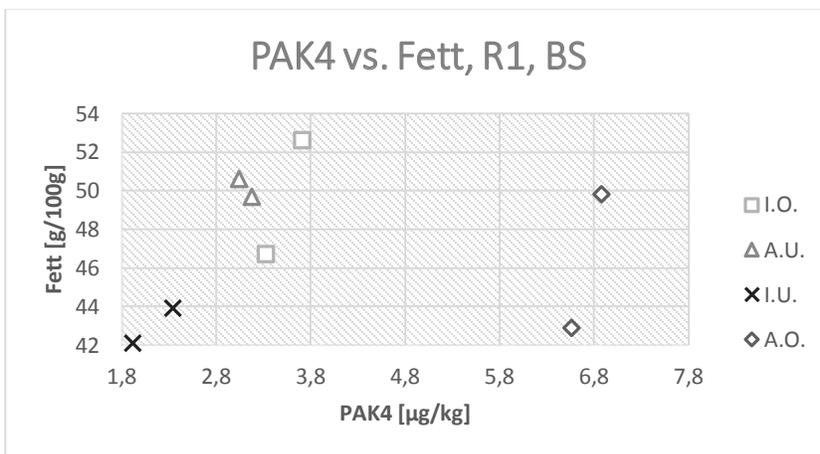


Abbildung 6-5 Gehalt an PAK4 [µg/kg] vs. Gehalt an Fett [g/100g] in BS, R1

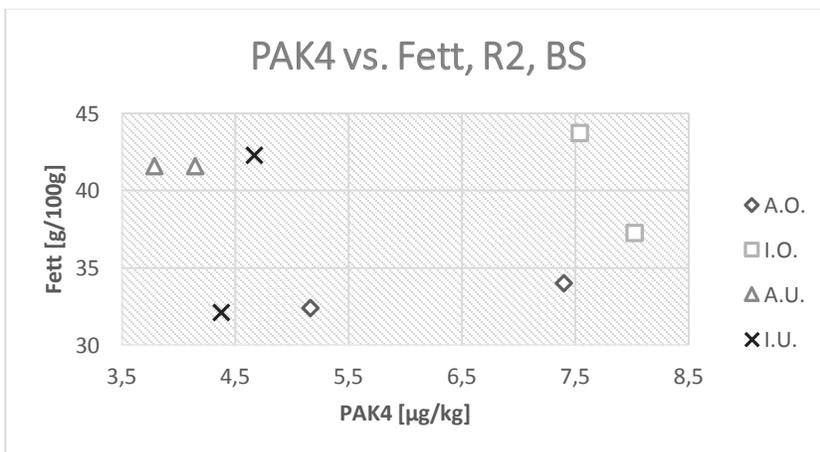


Abbildung 6-6 Gehalt an PAK4 [µg/kg] vs. Gehalt an Fett [g/100g] in BS, R2

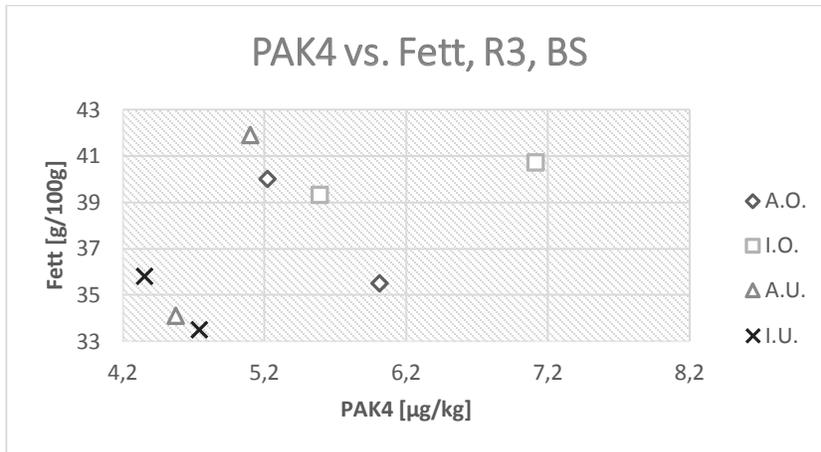


Abbildung 6-7 Gehalt an PAK4 [µg/kg] vs. Gehalt an Fett [g/100g] in BS, R3

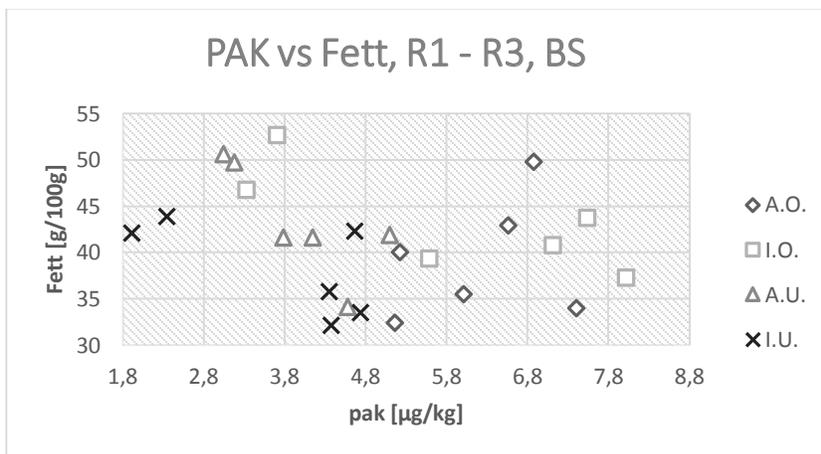


Abbildung 6-8 Gehalt an PAK4 [µg/kg] vs. Gehalt an Fett [g/100g] in BS, R1-R3

Wie in den Abbildungen 6-9 bis 6-16 ersichtlich ist, konnte auch kein Zusammenhang zwischen dem Wassergehalt und PAK4 Gehalt festgestellt werden.

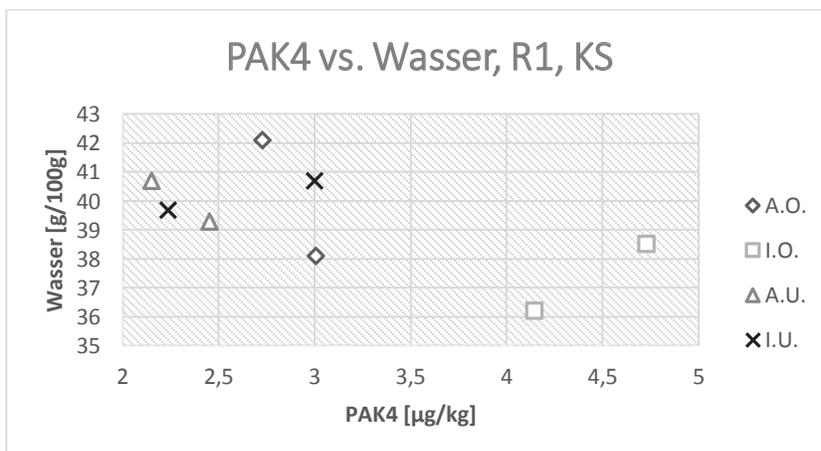


Abbildung 6-9 Gehalt an PAK4 [µg/kg] vs. Gehalt an Wasser [g/100g] in KS, R1

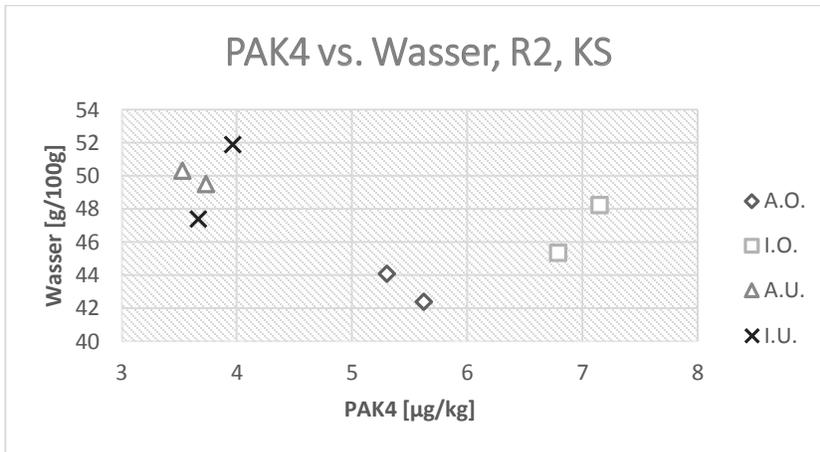


Abbildung 6-10 Gehalt an PAK4 [µg/kg] vs. Gehalt an Wasser [g/100g] in KS, R2

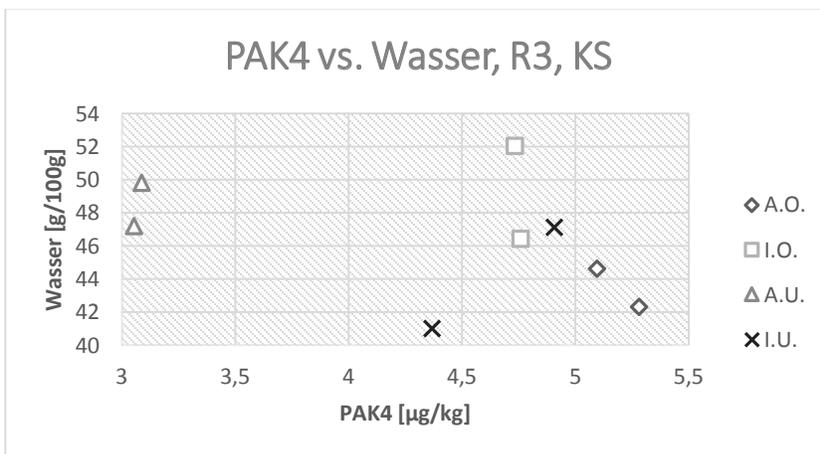


Abbildung 6-11 Gehalt an PAK4 [µg/kg] vs. Gehalt an Wasser [g/100g] in KS, R3

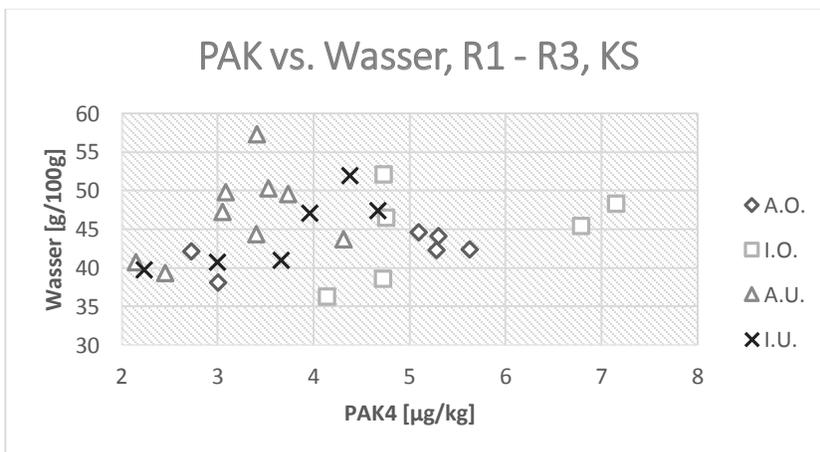


Abbildung 6-12 Gehalt an PAK4 [µg/kg] vs. Gehalt an Wasser [g/100g] in KS, R1-R3

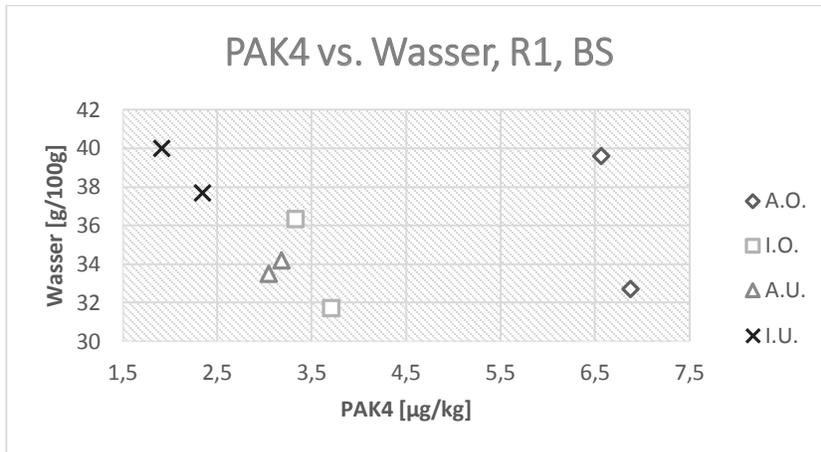


Abbildung 6-13 Gehalt an PAK4 [µg/kg] vs. Gehalt an Wasser [g/100g] in BS, R1

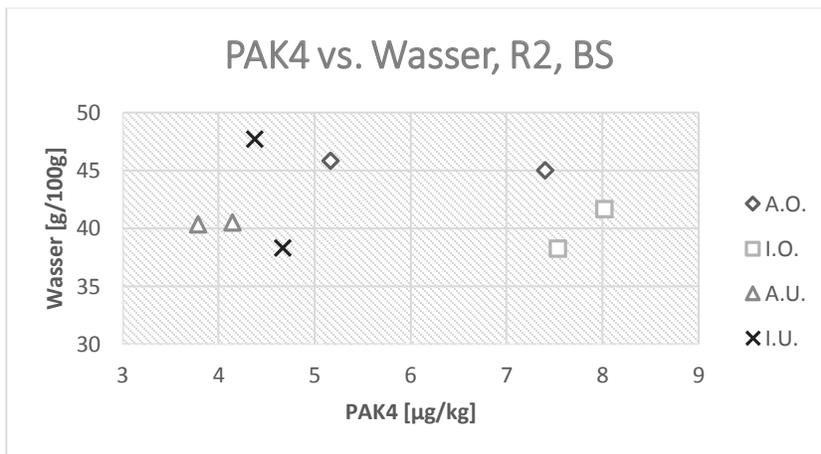


Abbildung 6-14 Gehalt an PAK4 [µg/kg] vs. Gehalt an Wasser [g/100g] in BS, R2

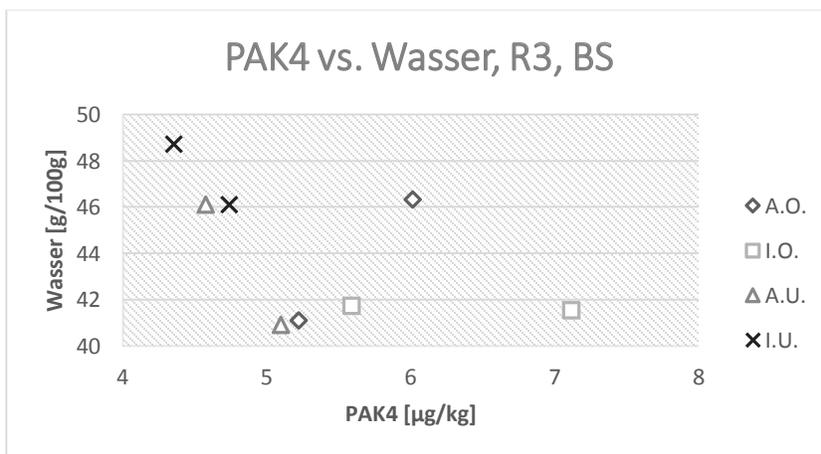


Abbildung 6-15 Gehalt an PAK4 [µg/kg] vs. Gehalt an Wasser [g/100g] in BS, R3

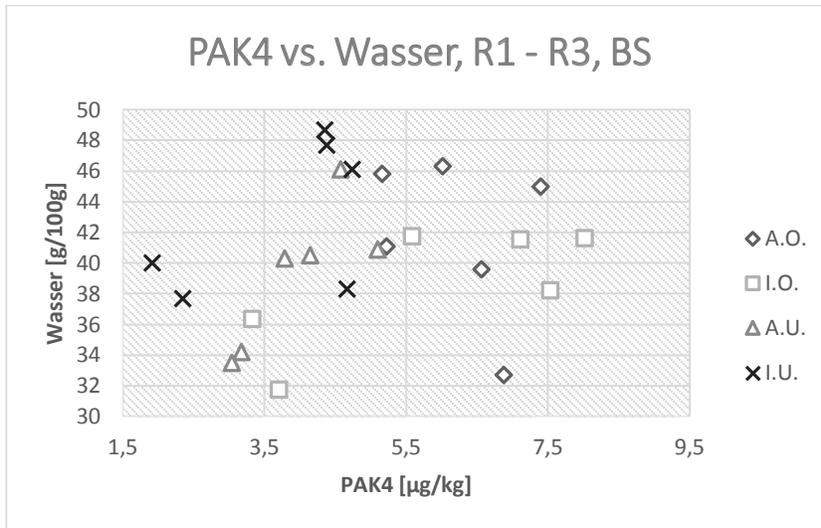


Abbildung 6-16 Gehalt an PAK4 [µg/kg] vs. Gehalt an Wasser [g/100g] in BS, R1-R3

Betrachtet man die Abbildungen 6-17 bis 6-24 ist auf den ersten Blick ebenfalls keine Korrelation zwischen Eiweiß- und PAK4-Gehalt zu erkennen. Jedoch lässt sich in den Abbildungen aller drei Räucherdurchgänge in KS und BS (Abbildung 6-20 sowie 6-24) ein leichter Trend erahnen, der zeigt, dass ein höherer Proteingehalt in einer höheren PAK4 Konzentration resultiert. Um dies mit Bestimmtheit zu sagen, müssten mehr Proben analysiert werden.

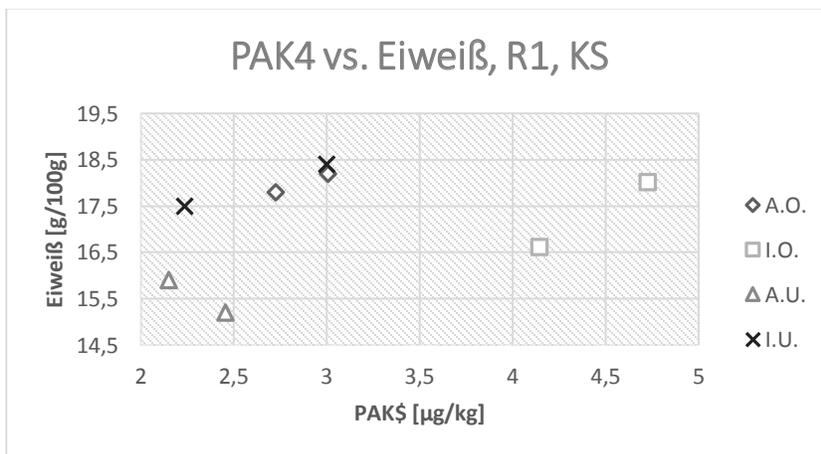


Abbildung 6-17 Gehalt an PAK4 [µg/kg] vs. Gehalt an Eiweiß [g/100g] in KS, R1

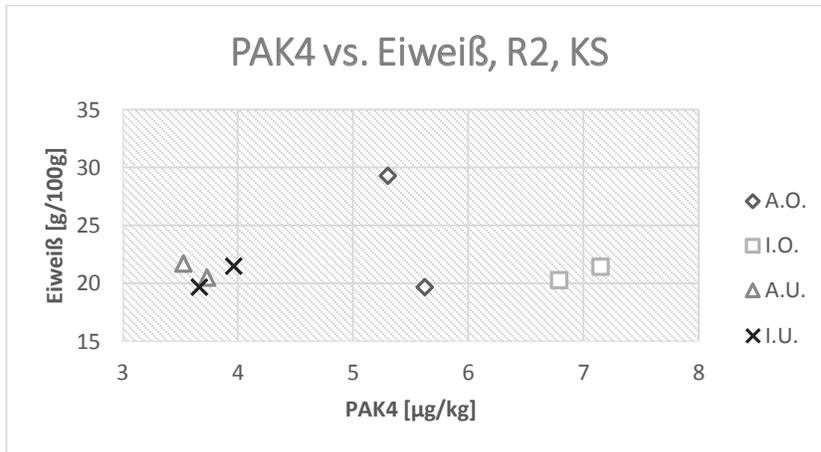


Abbildung 6-18 Gehalt an PAK4 [µg/kg] vs. Gehalt an Eiweiß [g/100g] in KS, R2

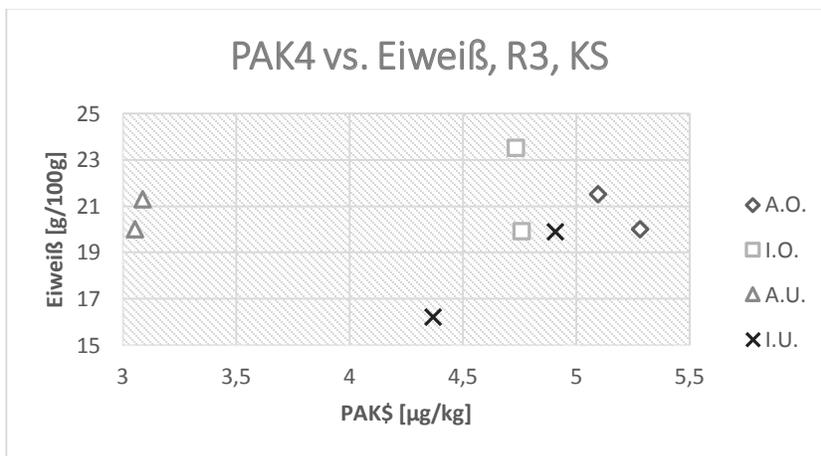


Abbildung 6-19 Gehalt an PAK4 [µg/kg] vs. Gehalt an Eiweiß [g/100g] in KS, R3

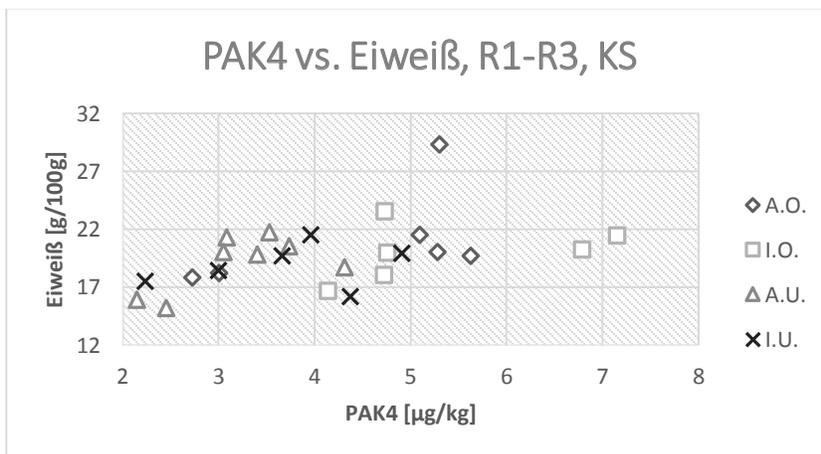


Abbildung 6-20 Gehalt an PAK4 [µg/kg] vs. Gehalt an Eiweiß [g/100g] in KS, R1-R3

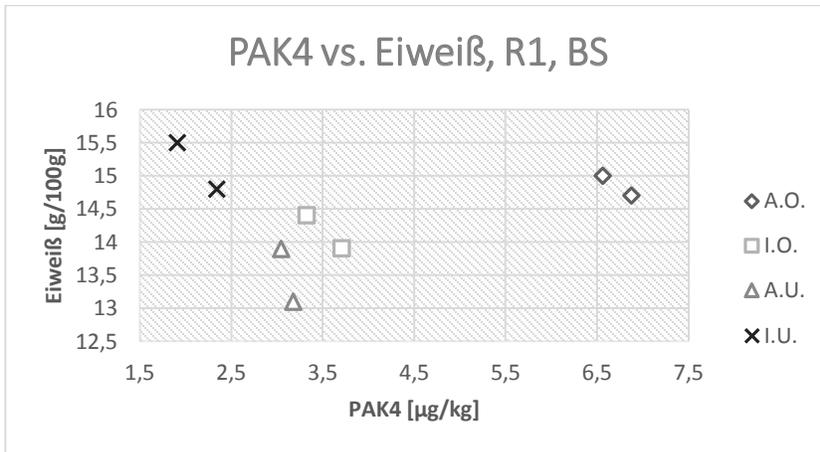


Abbildung 6-21 Gehalt an PAK4 [µg/kg] vs. Gehalt an Eiweiß [g/100g] in BS, R1

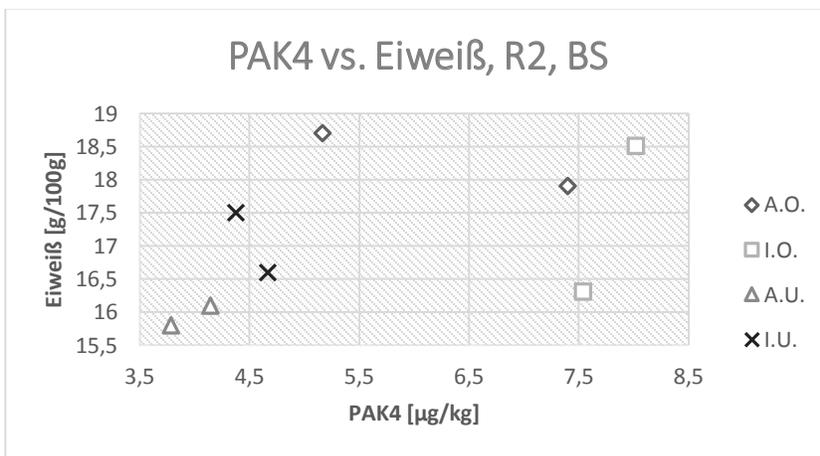


Abbildung 6-22 Gehalt an PAK4 [µg/kg] vs. Gehalt an Eiweiß [g/100g] in BS, R2

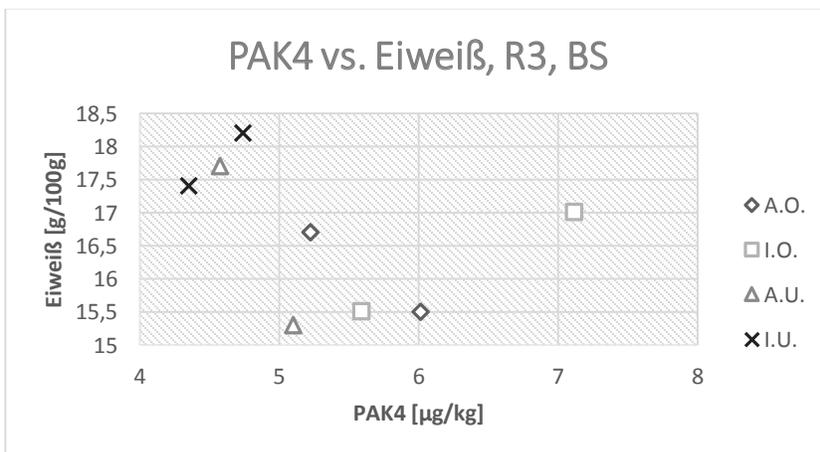


Abbildung 6-23 Gehalt an PAK4 [µg/kg] vs. Gehalt an Eiweiß [g/100g] in BS, R3

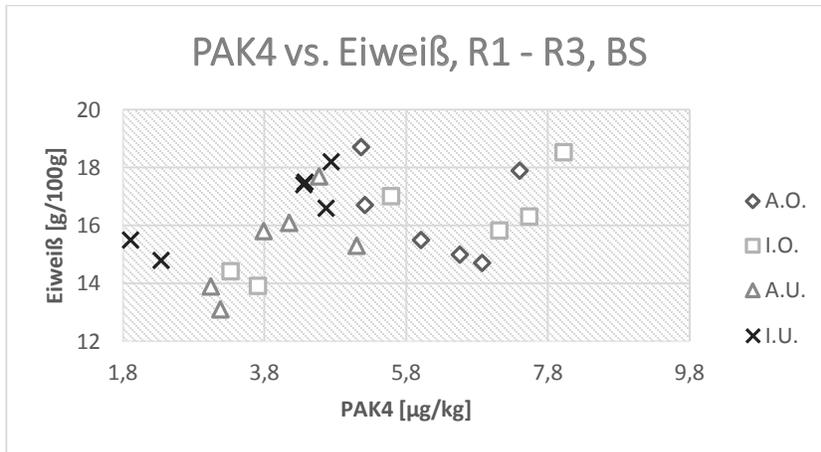


Abbildung 6-24 Gehalt an PAK4 [$\mu\text{g}/\text{kg}$] vs. Gehalt an Eiweiß [$\text{g}/100\text{g}$] in BS, R1-R3

Die Abbildungen 6-1 bis 6-24 lassen jedoch bereits erkennen, dass sehr wohl Unterschiede (innerhalb derselben Räucherung) zwischen den unterschiedlichen Positionen nachgewiesen werden konnten (siehe Abbildung 6-25), wobei gesagt werden muss, dass die Proben an den oberen Positionen mehr PAKs aufwiesen als die darunter liegenden (an den äußeren Positionen durchschnittlich 55 % mehr), die inneren Produkte meist höhere Werte aufwiesen als die äußeren (bis zu 55 % in KS bei R1) (siehe Tabelle 6-6).

Dies ist dadurch erklärbar, dass der Rauch im Inneren längere Zeit verweilt, da im Inneren mehrere Fleischstücke hängen, je dichter diese hängen desto weniger strömt der Rauch durch/vorbei. Somit sind die Rauchkomponenten für längere Zeit mit den Fleischstücken in Berührung und können mehr an der Oberfläche kondensieren.

Da die Räucherammer so konzipiert ist, dass an der Hinterseite unten der Raucheintritt erfolgte und an der rechten Wand im vorderen Bereich oben der Belüftungsschlitz war, zieht der Rauch von hinten unten nach vorne oben, generell steigt warme Luft nach oben und somit dürfte die Rauchdichte im oberen Bereich höher sein als im unteren Bereich des Räucherraumes.

Tabelle 6-6 Unterschiede der Positionen in %

	KS R1	BS R1	KS R2	BS R2	KS R3	BS R3	Gesamt
A.O. mehr als A.U. [%]	50,5	116	50,5	58,4	40,2	16,1	55,3
I.O. mehr als I.U. [%]	69,5	231	82,9	72,2	2,38	39,8	83,0
I.O. mehr als A.O. [%]	54,8	4,90	27,7	23,9	-8,48	13,2	19,3
I.U. mehr als A.U. [%]	13,7	-31,6	5,04	14,0	25,4	-6,01	3,43

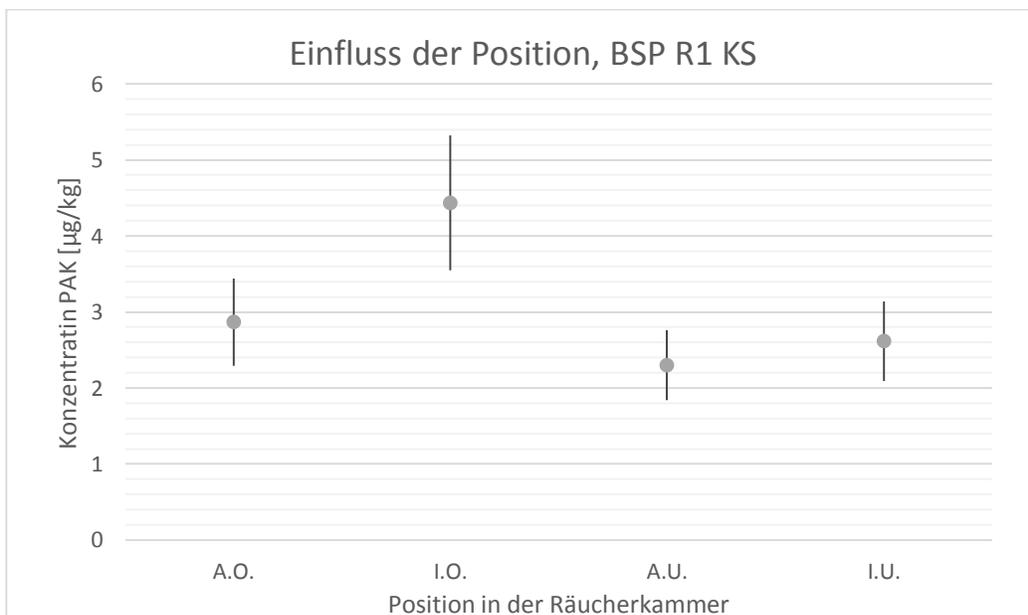


Abbildung 6-25 Einfluss der Position auf den Gehalt an PAK Gesamt, am Beispiel R1, KS

Weiters war zu beobachten, dass die Werte zwischen Bauchspeck und Karreespeck an gleichen Positionen entweder gleich oder aber höher beim Bauchspeck waren (siehe auch Tabelle 6-7 sowie Tabelle 6-8). Obwohl nun Bauchspeck einen höheren Fettgehalt aufweist als Karreespeck, ist dies dennoch auf die größere Oberfläche des Bauchspecks gegenüber des Karreespecks zurückzuführen, da PAKs an der Oberfläche der Fleischwaren adsorbieren

Folgende Berechnung zu dieser Theorie:

Zur Vereinfachung wird die Form eines Quaders als Bauchspeck angenommen, die eines Zylinders entspricht vereinfacht dem Karreespeck.

Durchschnittlich hatte ein Bauchspeck folgende Abmessungen: $a = 20 \text{ cm}$, $b = 4 \text{ cm}$, $c = 5 \text{ cm}$. Daraus ergibt sich aus nachstehender Formel folgende Oberfläche:

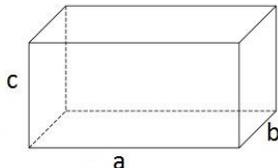


Abbildung 6-26 Quader

Formel 6-1 Berechnung der Oberfläche eines Quaders

$$O = 2 * (a * c) + 2 * (a * b) + 2 * (b * c)$$

$$O = 400 \text{ cm}^2$$

Ein Quader mit dieser angenommenen Oberfläche weist folgendes Volumen auf

Formel 6-2 Berechnung des Volumens eines Quaders

$$V = a * b * c \quad V = 400 \text{ cm}^3$$

Der Karreespeck war durchschnittlich $h = 5 \text{ cm}$ breit, um das Ergebnis mit dem des Quaders zu vergleichen müssen beide Formen das gleiche Volumen $V = 400 \text{ cm}^3$ haben.

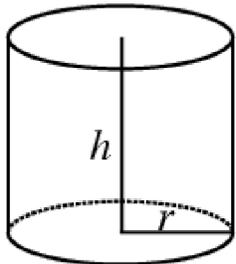


Abbildung 6-27 Zylinder

Formel 6-3 Berechnung des Radius eines Kreises

$$V = r^2 * \pi * h \quad 400 = r^2 * \pi * 5 \quad r = 5,6 \text{ cm}$$

Ein Zylinder mit $r = 5,6 \text{ cm}$ und $h = 5 \text{ cm}$ hat folgende Oberfläche:

Formel 6-4 Berechnung der Oberfläche eines Zylinders

$$O = 2 * (r^2 \pi) + 2 * r * \pi * h$$

$$O = 317 \text{ cm}^2$$

Ein Quader mit $\text{Vol} = 400 \text{ cm}^3$ weist somit eine Oberfläche von $O = 400 \text{ cm}^2$ auf, ein Zylinder mit dem gleichen Volumen von $V = 400 \text{ cm}^3$ jedoch lediglich eine Oberfläche von $O = 317 \text{ cm}^2$. Somit ist die Oberfläche eines Quaders um gut 20 % größer. Auch in den Proben konnte eine höhere Konzentration an PAKs in BS um 16,5 – 26,7 % festgestellt werden (Tabelle 6-7).

Tabelle 6-7 Auswertung der höheren Konzentrationen an PAK in BS gegenüber KS

	R1	R2	R3
Mehr PAK4 in BS [%]	26,7	16,5	16,9

Vergleicht man die drei Räucherdurchgänge untereinander lässt sich folgendes aufzeigen:

Bei der R1 wurden die Proben in die bereits unter Rauch stehende Räucherammer nachträglich zugegeben (ca. 30 Minuten nach dem Anzünden der Holzscheite). Somit haben diese Proben den ersten Anfeuerungsprozess des Räucherguts außerhalb der Kammer verbracht.

Betrachtet man die Ergebnisse des Karreespecks zeigen sich signifikante Unterschiede zwischen der ersten Räucherung und den beiden folgenden. Die Werte, vor allem von B[b]F sowie B[a]P sind teils bis um die Hälfte geringer (siehe Tabelle 6-7).

Auch beim Bauchspeck (siehe Tabelle 6-8) sind an den inneren Positionen (I.O. und I.U.) die Werte ebenso um die Hälfte geringer. An der Position A.U. sind sie denen der zweiten Räucherung ähnlich und an der Position A.O. sind B[a]A und Chr von allen drei Durchgängen am Höchsten. Da nur die äußeren Positionen betroffen sind könnte es sein, dass diese mit den verrußten Eckpfosten des Räucherwagens in Berührung gekommen sind und daher trotz einmaliger Anfeuerung so hohe Werte aufwiesen.

Auch lässt sich erkennen, dass bei der zweiten Räucherung an der Position I.O. die höchsten Werte (mit 6,98 µg PAK/kg) zu finden waren. Dies lässt sich insofern erklären, da bei dieser Räucherung auf Grund geringeren Räucherbedarfs des Betriebes weniger Fleischstücke geräuchert wurden und somit auf einen zweiten Räucherwagen verzichtet wurde. Dies hatte wiederum zur Folge, dass auf dem verbliebenen Räucherwagen mehr Fleischstücke – und diese auch näher beieinander – platziert wurden und somit die Rauchdichte im Inneren höher war. Der höchste Wert an B[a]P und B[b]F wurde ebenfalls dort gefunden.

Tabelle 6-8 Vergleich der Gehalte an PAK4 zwischen allen drei Durchgängen R1 – R3 in Karreespeck KS

KS/A.O.	MW R1	MW R2	MW R3
B[a]A	1,15	2,08	1,93
Chr	0,98	1,56	1,30
B[b]F	0,35	0,76	0,76
B[a]P	0,39	1,06	1,21
SUMME	2,87	5,46	5,19

KS/A.U.	MW R1	MW R2	MW R3
B[a]A	0,95	1,40	1,28
Chr	0,81	1,07	0,90
B[b]F	0,23	0,50	0,53
B[a]P	0,31	0,67	0,76
SUMME	2,30	3,63	3,46

KS/I.O.	MW R1	MW R2	MW R3
B[a]A	1,76	2,54	1,64
Chr	1,53	2,08	1,17
B[b]F	0,55	0,98	0,75
B[a]P	0,60	1,37	1,20
SUMME	4,44	6,98	4,75

KS/I.U.	MW R1	MW R2	MW R3
B[a]A	0,89	1,46	1,60
Chr	0,95	1,04	1,22
B[b]F	0,44	0,56	0,69
B[a]P	0,34	0,75	1,13
SUMME	2,62	3,81	4,64

Tabelle 6-9 Vergleich der Gehalte an PAK4 zwischen allen drei Durchgängen R1 – R3 in Bauchspeck BS

BS/A.O.	MW R1	MW R2	MW R3
B[a]A	2,57	2,51	2,04
Chr	2,53	1,85	1,37
B[b]F	0,81	0,79	0,84
B[a]P	0,81	1,13	1,36
SUMME	6,72	6,28	5,62

BS/A.U.	MW R1	MW R2	MW R3
B[a]A	1,26	1,46	1,53
Chr	1,10	1,05	1,34
B[b]F	0,36	0,47	0,79
B[a]P	0,40	0,68	1,18
SUMME	3,11	3,66	4,84

BS/I.O.	MW R1	MW R2	MW R3
B[a]A	1,42	3,05	2,30
Chr	1,28	2,00	1,59
B[b]F	0,37	1,15	0,97
B[a]P	0,45	1,59	1,50
SUMME	3,53	7,79	6,36

BS/I.U.	MW R1	MW R2	MW R3
B[a]A	0,87	1,79	1,62
Chr	0,69	1,31	1,18
B[b]F	0,25	0,57	0,60
B[a]P	0,33	0,85	1,15
SUMME		4,52	4,55

R3 weist die geringsten Werte an B[a]A und Chr auf. Da bei dieser Räucherung erneut 2 Räucherwagen behängt wurden und die Stücke weniger dicht beieinander hängten zeigt dies ebenfalls die Abhängigkeit der Dichte der Fleischstücke zueinander.

In Bezug auf die prozentuale Verteilung der unterschiedlichen PAKs lies sich beobachten, dass die Konzentration von B[a]A in allen Proben am Höchsten war, gefolgt von Chr, anschließend B[a]P und am geringsten konnte B[b]F gefunden werden (Abbildung 6-28).

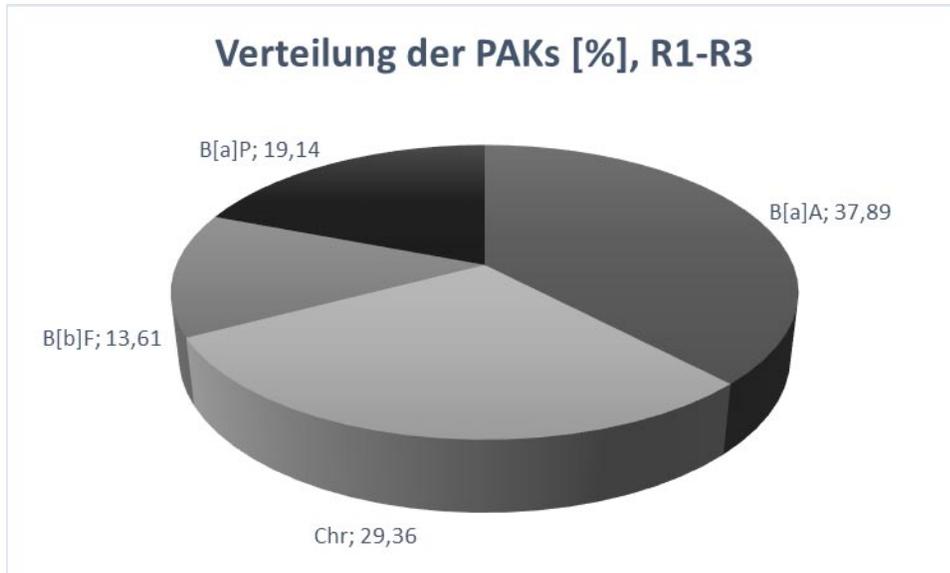


Abbildung 6-28 prozentuale Verteilung der PAK4 im Durchschnitt

7 Schlussfolgerungen

Diese Arbeit hat gezeigt, dass trotz lipophilen Charakters der PAKs der Fettgehalt der Fleischstücke keinen Einfluss auf den Gehalt an PAKs (weder im Einzelnen betrachtet noch als Summe PAK4) hat. Ebenso konnte kein Zusammenhang zwischen Eiweiß- und Wassergehalt auf den Gehalt an PAKs nachgewiesen werden.

Sehr wohl konnte verdeutlicht werden, dass die Oberfläche sowie die Position der Stücke innerhalb der Räucherammer in direktem Zusammenhang mit dem Gehalt an PAKs stehen. Auch konnte bestätigt werden, dass die Bildung von PAK4 beim Anfeuern der Holzscheite am Höchsten ist, da zu dem Zeitpunkt die höchsten Temperaturen zustande kommen.

Die Ergebnisse dieser Arbeit zeigt nun, dass für einen traditionellen Räucherbetrieb sehr wohl die verordneten Höchstmengen an B[a]P sowie der Summe an PAK4 eingehalten werden können. Zu beachten sei jedoch stets, die Proben keineswegs zu dicht beieinander aufzuhängen. Betriebe, die dennoch Probleme aufweisen sollten (auf Grund von längerer Räucherdauer etwa), könnten die Proben erst im Anschluss der Anfeuerung des Smokmaterials die Fleischstücke in die Räucherammer einbringen da der größte Anteil der PAKs bei ausreichender Belüftung bereits „verflogen“ ist. Auch die Positionierung von Bauchspeck an unteren Positionen und Karreespecks darüber würde eine Minimierung der PAKs zur Folge haben.

Für zukünftige Untersuchungen wäre interessant, ob bzw. wie sich das „PAK-Profil“ mit unterschiedlicher Rauchtstehungstemperatur ändert (zum einen um die 400 °C, zum anderen mit höheren Temperaturen um die 700 °C).

8 Zusammenfassung

Es wurden Bauchspeck- sowie Karreespeckproben mittels traditionellem Glimmrauchverfahren an festgelegten Positionen warm (bei 38 – 42 °C) für 48 h geräuchert. Die erhaltenen Proben wurden auf ihren Fett-, Eiweiß-, Wasser- sowie PAK-Gehalt untersucht um Korrelationen festzustellen.

Die Ergebnisse zeigten, dass weder der Fett- noch Wasser- noch Eiweißgehalt den PAK-Gehalt beeinflusst. Es konnte jedoch aufgezeigt werden, dass die größere Oberfläche (quadratisch) des Bauchspecks 16 – 27 % höhere PAK-Gehalte aufwies als Karreespeck (Form eines Zylinders).

Weiters konnte veranschaulicht werden, dass die Position und die damit zusammenhängende Rauchdichte ebenfalls stark mit dem Gehalt an PAKs korreliert. So ist die Rauchdichte im Inneren höher sowie im oberen Bereich der Rauchkammer. Die höchsten Werte wurden an den Positionen Innen Oben gefunden, die niedrigsten an den unteren äußeren.

Dies hat zur Folge, dass ein zu dichtes Hängen der Speckstücke möglichst zu vermeiden ist, da ansonsten der Rauch nicht gut durchfließen kann und somit länger in Berührung mit der Oberfläche des Speckes ist und mehr PAKs kondensieren können.

Da bei einem der drei Durchgänge die Proben erst 30 Minuten nach der Anfeuerung in die Kammer eingebracht wurden konnte ebenfalls gezeigt werden, dass die PAKs auf Grund der höheren Temperaturen, vor allem zu Beginn der Anfeuerung entstehen. Somit kann man den Gesamtgehalt an PAKs auch reduzieren indem man die Fleischstücke erst dann einbringt, wenn das Räuchergut bereits bei niederen Temperaturen unter 600 °C glimmt anstatt von Anfang an.

9 Summary

The formation of carcinogenic polycyclic aromatic hydrocarbons (PAHs) during traditional smoking of meat shows a health risk to people. This work was analyzing if there actually is a correlation between the content of fat, protein and water as well as the position of sample inside the smoking chamber on a higher or lower content of PAHs in traditionally smoked pork belly and low fat back fat of pork.

The smoking temperature in the smoking chamber was between 38 – 42 °C, the samples were cut in approximately 500 g pieces each and smoked for 48 hours. Each sample was localized at a specific position within the chamber. The procedure was repeated three times.

The results show that there was no connection between the fat nor protein nor water content on the final content of PAHs. Nevertheless, the results show a strong correlation between the surface which was exposed to the smoke as well as the position inside the chamber.

In each one of the three smoking processes, the square shaped pork belly showed between 16 – 27 % higher content in PAHs than the cylinder shaped back fat of pork though to the higher surface of squares compared to cylinders.

It could be determined, that the inner positions had higher contents of PAHs than the ones on the outside which shows that the smoke density must be higher in the inside than the outside of the smoking cart. Moreover, the smoke is accumulating more on the top of the chamber than on the lower part though the samples in higher positions show higher concentrations on PAHs than the ones right below.

The tested smoking conditions work fine with the European wide regulation of PAHs in smoked meat product which are a maximum concentration of B[a]P of 2 µg/kg and a maximum concentration of the sum of PAH4 (B[a]A, Chr, B[b]F, B[a]P) of 12 µg/kg.

Anyway, to make sure the bacon does not contain too much of PAHs it is important to not hang the pieces to close to each other to ensure a homogenous flow of the smoke and – if possible – to light the fire and get the smoke inside the chamber for 30 minutes before putting the meat inside which also leads to lower concentrations though the PAHs mainly develop at the higher temperatures of lighting the wood compared to the lower temperature gleaming.

10 Literaturverzeichnis

Bücher

AGES, NESTER A., Hofstädter D.: Österreichischer Ernährungsbericht 2008, 1. Auflage, 2008, Bundesministerium für Gesundheit, Kapitel: Polyzyklische aromatische Kohlenwasserstoffe, S. 223 – 228

CASSENS, R.: Meat Preservation: Preventing Losses and assuring Safety, 1. Auflage, 1994, Food & Nutrition Press, Inc., Connecticut, ISBN: 0-917678-34-6 (1994), Kapitel: Chemical Methods, S. 85 – 87

DIKEMON, M., DEVINE, C.: Encyclopedia of Meat Sciences, Volume 3, 1. Auflage, 2004, Academic Press, London, ISBN: 978-0-12-384731-7, Kapitel: Smoking, S. 321 - 326

MACRAE R.: HPLC in Food Analysis, Food Science and Technology, 2. Auflage, 1988, Academic Press Limited, London, ISBN: 0124647812, Kapitel: Determination of Polynuclear Aromatic Hydrocarbons and Nitrosamines

MATISSEK R., STEINER G., FISCHER M.; Lebensmittelanalytik, 4. Auflage, Springer-Verlag Berlin-Heidelberg, 2010, ISBN: 978-3-642-34829-7, Kapitel: Bestimmung von polyzyklischen aromatischen Kohlenwasserstoffen (PAK) mittels HPLC am Beispiel Benzo(a)pyren

MATISSEK R., WITTKOWSKI R.; High Performance Liquid Chromatography in Food Control and Research, 1. Auflage, 1992, Behrs Verlag GmbH & Co, Hamburg, ISBN: 978-0877629993, Kapitel: Polycyclic aromatic Hydrocarbons

PÜSSA, T.: Principles of Food Toxicology, 2. Auflage, 2014, Taylor & Francis Group, USA, ISBN-13: 978-1-4665-0410-3 (2014), Kapitel: Polycyclic aromatic Hydrocarbons, S. 295 – 298

RANKEN, M.D.: Handbook of Meat Product Technologies, 1. Auflage, 2000, Blackwell Science Ltd, USA, ISBN: 0-632-05377-1, S.112

SHAHIDI, F.: Flavour of Meat and Meat Products, 1. Auflage, 1994, Chapman & Hall, Glasgow, ISBN: 0 7514 0217 6 (1994), Kapitel: Contribution of smoke flavourings to processed meat, S. 199 - 207

SIELAFF, H: Fleischtechnologie, 1, Auflage, 1996, Behr's Verlag GmbH & Co, Hamburg, ISBN: 3-86022-188-4, Kapitel: Erzeugnisherstellung – Pökelfwaren und Räuchern, S. 376 – 381

STADLER, R.H., LINEBACK, D.R.: Process-Induced Food Toxicants: Occurrence, Formation, Mitigation and Health Risks, 1. Auflage, 2009, John Wiley & Sons, Inc., New Jersey, ISBN: 978-0-470-07475-6, Kapitel: Polyaromatic Hydrocarbons, S. 243 – 271

STREY, K.: Die Welt der polycyclischen Aromaten, Lehmanns Media – LOB.de, Berlin, 2007

WAGNER F. S.; Räuchern, Pökeln, Wurstn: Schwein, Rind, Wild, Geflügel, 2. Auflage, 2006, Leopold Stocker Verlag, Graz, ISBN: 3-7020-0910-8 (2006), Kapitel: Die Technologie des Räucherns, S. 21 – 38

Zeitschrift

FleischWirtschaft 6/2013, PAK-Gehalte in heißgeräucherten Fleischerzeugnissen

DLR, Mai 2011: Heißgeräucherte Brühwürste, Vorkommen von PAK und phenolischen Verbindungen in Abhängigkeit von verschiedenen Räucherbedingungen im Glimmrauchverfahren

Internet

MERCK: LiChrospher PAH: Examples of application with LiChrospher PAH

JIRA, W: Chemische Vorgänge beim Pökeln und Räuchern, Mitteilungsblatt BAFF 43, Nr. 163, 27 – 38, 2004, Openagrar.bmel-forschung.de

Referenzmethoden/Verordnungen

Amtsblatt der Europäischen Union, VO (EG) Nr. 835/2011 der Kommission vom 19. August 2011 zur Änderung der V (EG) 1881/2006 im Hinblick auf Höchstgehalte an polyzyklischen aromatischen Kohlenwasserstoffen in Lebensmitteln

BVL 06.00-20 Dezember 2003 Stickstoffgehalt von Fleisch und Fleischerzeugnisse; Verfahren nach Dumas

Deutsche Amtliche Sammlung von Untersuchungsverfahren nach § 64 LFGB BVL L06.00-3, 2004-07

Deutsche Amtliche Sammlung von Untersuchungsverfahren nach §64 LFGB BVL L06.00-6 2014-08 Gesamtfett in Fleisch und Fleischerzeugnissen nach Säureaufschluss

Offizielle Methode zur Bestimmung des Benzo[a]pyrengeltes von Kaffee gemäß dem Erlass vom 19.07.85, veröffentlicht im Amtsblatt der französischen Republik vom 18.08.85

Verordnung (EG) Nr. 333/2007 zur Festlegung der Probenahmeverfahren und Analysenmethoden für die amtliche Kontrolle der Gehalte an Blei, Cadmium, Quecksilber, anorganischen Zinn, 3-MCPD und Benzo[a]pyren in Lebensmitteln

11 Anhang

Tabelle 11-1 Ergebnisse der PAK4 aller Proben

L Nummer	BS/KS	Baa [µg/kg]	+/- MU	Chr [µg/kg]	+/- MU	Bbf [µg/kg]	+/- MU	Bap [µg/kg]	+/- MU	wo	Summe PAK [µg/kg]	+/- MU
L2571/14	KS	1,08	0,22	0,98	0,20	0,33	0,07	0,34	0,07	A.O.	2,73	0,55
L2572/14	KS	1,22	0,24	0,97	0,19	0,38	0,08	0,44	0,09	A.O.	3,01	0,60
L2573/14	KS	1,73	0,35	1,44	0,29	0,45	0,09	0,53	0,11	I.O.	4,15	0,83
L2574/14	KS	1,80	0,36	1,62	0,32	0,64	0,13	0,68	0,14	I.O.	4,73	0,95
L2575/14	KS	1,03	0,21	0,84	0,17	0,25	0,05	0,34	0,07	A.U.	2,45	0,49
L2576/14	KS	0,88	0,18	0,78	0,16	0,22	0,04	0,27	0,05	A.U.	2,15	0,43
L2577/14	KS	0,87	0,17	0,74	0,15	0,26	0,05	0,37	0,07	I.U.	2,24	0,45
L2578/14	KS	0,91	0,18	1,16	0,23	0,63	0,13	0,30	0,06	I.U.	3,00	0,60
L2581/14	BS	2,82	0,56	2,44	0,49	0,80	0,16	0,82	0,16	A.O.	6,88	1,38
L2582/14	BS	2,32	0,46	2,62	0,52	0,82	0,16	0,80	0,16	A.O.	6,56	1,31
L2583/14	BS	1,38	0,28	1,08	0,22	0,37	0,07	0,49	0,10	I.O.	3,34	0,67
L2584/14	BS	1,45	0,29	1,48	0,30	0,37	0,07	0,41	0,08	I.O.	3,72	0,74
L2585/14	BS	1,27	0,25	1,13	0,23	0,39	0,08	0,39	0,08	A.U.	3,18	0,64
L2586/14	BS	1,25	0,25	1,07	0,21	0,33	0,07	0,41	0,08	A.U.	3,04	0,61
L2587/14	BS	0,95	0,19	0,74	0,15	0,29	0,06	0,36	0,07	I.U.	2,34	0,47
L2588/14	BS	0,78	0,16	0,64	0,13	0,20	0,04	0,29	0,06	I.U.	1,91	0,38
L2628/14	BS	2,16	0,43	1,39	0,28	0,63	0,13	0,99	0,20	A.O.	5,16	1,03
L2629/14	BS	2,87	0,57	2,31	0,46	0,96	0,19	1,26	0,25	A.O.	7,40	1,48
L2630/14	BS	3,10	0,62	1,61	0,32	1,20	0,24	1,64	0,33	I.O.	7,55	1,51
L2631/14	BS	3,00	0,60	2,39	0,48	1,10	0,22	1,54	0,31	I.O.	8,03	1,61
L2632/14	BS	1,53	0,31	1,10	0,22	0,48	0,10	0,67	0,13	A.U.	3,79	0,76
L2633/14	BS	1,70	0,34	1,21	0,24	0,54	0,11	0,70	0,14	A.U.	4,15	0,83
L2634/14	BS	1,83	0,37	1,36	0,27	0,60	0,12	0,87	0,17	I.U.	4,67	0,93
L2635/14	BS	1,75	0,35	1,26	0,25	0,55	0,11	0,83	0,17	I.U.	4,38	0,88
L2636/14	BS	1,40	0,28	1,00	0,20	0,43	0,09	0,69	0,14	A.U.	3,52	0,70
L2637/14	BS	1,22	0,24	0,89	0,18	0,42	0,08	0,65	0,13	A.U.	3,18	0,64
L2638/14	BS	1,97	0,39	1,60	0,32	0,63	0,13	0,87	0,17	A.U.	5,06	1,01
L2639/14	KS	2,09	0,42	1,65	0,33	0,81	0,16	1,08	0,22	A.O.	5,63	1,13
L2640/14	KS	2,07	0,41	1,48	0,30	0,71	0,14	1,04	0,21	A.O.	5,30	1,06
L2641/14	KS	2,52	0,50	1,96	0,39	0,97	0,19	1,34	0,27	I.O.	6,79	1,36
L2642/14	KS	2,56	0,51	2,20	0,44	1,00	0,20	1,40	0,28	I.O.	7,16	1,43
L2643/14	KS	1,40	0,28	1,03	0,21	0,46	0,09	0,63	0,13	A.U.	3,53	0,71
L2644/14	KS	1,40	0,28	1,10	0,22	0,53	0,11	0,70	0,14	A.U.	3,73	0,75
L2645/14	KS	1,43	0,29	0,92	0,18	0,54	0,11	0,77	0,15	I.U.	3,66	0,73
L2646/14	KS	1,50	0,30	1,16	0,23	0,58	0,12	0,72	0,14	I.U.	3,96	0,79
L2648/14	KS	1,29	0,26	1,00	0,20	0,47	0,09	0,66	0,13	A.U.	3,41	0,68
L2649/14	KS	1,56	0,31	1,40	0,28	0,83	0,17	0,88	0,18	A.U.	4,68	0,94

L Nummer	BS/KS	Baa [µg/kg]	+/- MU	Chr [µg/kg]	+/- MU	Bbf [µg/kg]	+/- MU	Bap [µg/kg]	+/- MU	wo	Summe PAK [µg/kg]	+/- MU
L2831/14	BS	1,90	0,38	1,22	0,24	0,81	0,16	1,29	0,26	A.O.	5,22	1,04
L2832/14	BS	2,18	0,44	1,52	0,30	0,87	0,17	1,44	0,29	A.O.	6,01	1,20
L2833/14	BS	2,03	0,41	1,31	0,26	0,91	0,18	1,35	0,27	I.O.	5,60	1,12
L2834/14	BS	2,57	0,51	1,88	0,38	1,03	0,21	1,65	0,33	I.O.	7,12	1,42
L2835/14	BS	1,55	0,31	1,30	0,26	0,63	0,13	1,10	0,22	A.U	4,58	0,92
L2836/14	BS	1,51	0,30	1,39	0,28	0,94	0,19	1,26	0,25	A.U	5,10	1,02
L2837/14	BS	1,66	0,33	1,14	0,23	0,72	0,14	1,22	0,24	I.U.	4,74	0,95
L2838/14	BS	1,58	0,32	1,22	0,24	0,48	0,10	1,08	0,22	I.U.	4,35	0,87
L2839/14	BS	1,88	0,38	1,33	0,27	0,65	0,13	0,98	0,20	M.A.O	4,85	0,97
L2840/14	BS	1,50	0,30	1,04	0,21	0,68	0,14	1,05	0,21	M.A.U.	4,27	0,85
L2841/14	KS	1,86	0,37	1,31	0,26	0,74	0,15	1,19	0,24	A.O.	5,10	1,02
L2842/14	KS	1,99	0,40	1,29	0,26	0,77	0,15	1,23	0,25	A.O.	5,28	1,06
L2843/14	KS	1,62	0,32	1,14	0,23	0,79	0,16	1,19	0,24	I.O.	4,74	0,95
L2844/14	KS	1,66	0,33	1,20	0,24	0,70	0,14	1,21	0,24	I.O.	4,76	0,95
L2845/14	KS	1,07	0,21	0,82	0,16	0,44	0,09	0,77	0,15	A.U	3,09	0,62
L2846/14	KS	1,58	0,32	1,06	0,21	0,69	0,14	0,99	0,20	A.U	4,32	0,86
L2847/14	KS	1,53	0,31	1,15	0,23	0,65	0,13	1,04	0,21	I.U.	4,37	0,87
L2848/14	KS	1,68	0,34	1,29	0,26	0,73	0,15	1,22	0,24	I.U.	4,91	0,98
L2849/14	KS	1,13	0,23	0,78	0,16	0,46	0,09	0,70	0,14	A.U	3,05	0,61
L2850/14	KS	1,34	0,27	0,95	0,19	0,53	0,11	0,59	0,12	A.U	3,40	0,68
L2851/14	KS	2,05	0,41	1,61	0,32	0,83	0,17	1,32	0,26	I.U.	5,81	1,16

Tabelle 11-2 Ergebnisse von Fett, Wasser, Eiweiß aller Proben

L Nummer	BS/KS	Wasser [g/100g]	+/- MU	Fett [g/100g]	+/- MU	Eiweiß [g/100g]	+/- MU	VH W.:Eiw.	VH F:Eiw.	VH (W+F):Eiw.
L2571/14	KS	42,1	0,4	36,7	1,9	17,8	1,2	2,4 +/- 0,2	2,1 +/- 0,2	4,4 +/- 0,3
L2572/14	KS	38,1	0,3	40,5	2,1	18,2	1,2	2,1 +/- 0,1	2,2 +/- 0,2	4,3 +/- 0,3
L2573/14	KS	36,2	0,3	44,9	2,3	16,6	1,1	2,2 +/- 0,1	2,7 +/- 0,2	4,9 +/- 0,3
L2574/14	KS	38,5	0,3	40,5	2,1	18	1,2	2,1 +/- 0,1	2,3 +/- 0,2	4,4 +/- 0,3
L2575/14	KS	39,3	0,3	42,2	2,2	15,2	1	2,6 +/- 0,2	2,8 +/- 0,2	5,4 +/- 0,4
L2576/14	KS	40,7	0,4	39,8	2	15,9	1,1	2,6 +/- 0,2	2,5 +/- 0,2	5,1 +/- 0,4
L2577/14	KS	39,7	0,3	40	2	17,5	1,2	2,3 +/- 0,2	2,3 +/- 0,2	4,6 +/- 0,3
L2578/14	KS	40,7	0,4	38	1,9	18,4	1,3	2,2 +/- 0,1	2,1 +/- 0,2	4,3 +/- 0,3
L2579/14	KS	37,9	0,3	41,3	2,1	15,6	1,1	2,4 +/- 0,2	2,6 +/- 0,2	5,1 +/- 0,5
L2580/14	KS	41,8	0,4	37,7	1,9	17,8	1,2	2,3 +/- 0,2	2,1 +/- 0,2	4,5 +/- 0,3
L2581/14	BS	32,7	0,3	49,8	2,5	14,7	1	2,2 +/- 0,1	3,4 +/- 0,3	5,6 +/- 0,4
L2582/14	BS	39,6	0,3	42,9	2,2	15	1	2,6 +/- 0,2	2,9 +/- 0,2	5,5 +/- 0,4
L2583/14	BS	36,3	0,3	46,7	2,4	14,4	1	2,5 +/- 0,2	3,2 +/- 0,3	5,8 +/- 0,4
L2584/14	BS	31,7	0,3	52,6	2,7	13,9	0,9	2,3 +/- 0,2	3,8 +/- 0,3	6,1 +/- 0,4
L2585/14	BS	34,2	0,3	49,7	2,5	13,1	0,9	2,6 +/- 0,2	3,8 +/- 0,3	6,4 +/- 0,4
L2586/14	BS	33,5	0,3	50,6	2,6	13,9	0,9	2,4 +/- 0,2	3,6 +/- 0,3	6,1 +/- 0,4
L2587/14	BS	37,7	0,3	43,9	2,2	14,8	1	2,5 +/- 0,2	3 +/- 0,3	5,5 +/- 0,4
L2588/14	BS	40	0,3	42,1	2,1	15,5	1,1	2,6 +/- 0,2	2,7 +/- 0,2	5,3 +/- 0,4
L2589/14	BS	40,2	0,4	40,7	2,1	16,1	1,1	2,5 +/- 0,2	2,5 +/- 0,2	5 +/- 0,4
L2590/14	BS	42	0,4	41,5	2,1	14,8	1	2,8 +/- 0,2	2,8 +/- 0,2	5,7 +/- 0,4
L2628/14	BS	45,8	0,4	32,4	1,7	18,7	1,3	2,4 +/- 0,2	1,7 +/- 0,1	4,2 +/- 0,3
L2629/14	BS	45	0,4	34	1,7	17,9	1,2	2,5 +/- 0,2	1,9 +/- 0,2	4,4 +/- 0,3
L2630/14	BS	38,2	0,3	43,7	2,2	16,3	1,1	2,3 +/- 0,2	2,7 +/- 0,2	5 +/- 0,4
L2631/14	BS	41,6	0,4	37,2	1,9	18,5	1,3	2,2 +/- 0,1	2 +/- 0,2	4,3 +/- 0,3
L2632/14	BS	40,3	0,4	41,6	2,1	15,8	1,1	2,5 +/- 0,2	2,6 +/- 0,2	5,2 +/- 0,4
L2633/14	BS	40,5	0,3	41,6	2,1	16,1	1,1	2,5 +/- 0,2	2,6 +/- 0,2	5,1 +/- 0,4
L2634/14	BS	38,3	0,3	42,3	2,2	16,6	1,1	2,3 +/- 0,2	2,5 +/- 0,2	4,8 +/- 0,3
L2635/14	BS	47,7	0,4	32,1	1,6	17,5	1,2	2,7 +/- 0,2	1,8 +/- 0,2	4,6 +/- 0,3
L2636/14	BS	39	0,3	42,9	2,2	15,1	1	2,6 +/- 0,2	2,8 +/- 0,2	5,4 +/- 0,4
L2637/14	BS	47,5	0,4	33,5	1,7	17,2	1,2	2,8 +/- 0,2	2 +/- 0,2	4,7 +/- 0,3
L2638/14	BS	44,2	0,4	35,8	1,8	17,1	1,2	2,6 +/- 0,2	2,1 +/- 0,2	4,7 +/- 0,3

L Nummer	BS/KS	Wasser [g/100g]	+/- MU	Fett [g/100g]	+/- MU	Eiweiß [g/100g]	+/- MU	VH W.:Eiw.	VH F:Eiw.	VH (W+F):Eiw.
L2639/14	KS	42,4	0,4	35,8	1,8	19,7	1,3	2,2 +/- 0,1	1,8 +/- 0,2	4 +/- 0,3
L2640/14	KS	44,1	0,4	33,8	1,7	29,3	2	1,5 +/- 0,1	1,2 +/- 0,1	2,7 +/- 0,2
L2641/14	KS	45,3	0,4	32,4	1,7	20,2	1,4	2,2 +/- 0,1	1,6 +/- 0,1	3,8 +/- 0,3
L2642/14	KS	48,2	0,4	28	1,4	21,4	1,5	2,2 +/- 0,1	1,3 +/- 0,1	3,6 +/- 0,3
L2643/14	KS	50,3	0,4	25,3	1,3	21,7	1,5	2,3 +/- 0,2	1,2 +/- 0,1	3,5 +/- 0,2
L2644/14	KS	49,5	0,4	27,7	1,4	20,5	1,4	2,4 +/- 0,2	1,4 +/- 0,1	3,8 +/- 0,3
L2645/14	KS	47,4	0,4	30,4	1,6	19,7	1,3	2,4 +/- 0,2	1,5 +/- 0,1	4 +/- 0,3
L2646/14	KS	51,9	0,4	23,9	1,2	21,5	1,5	2,4 +/- 0,2	1,1 +/- 0,1	3,5 +/- 0,2
L2647/14	KS	46,3	0,4	33,3	1,7	18	1,2	2,6 +/- 0,2	1,8 +/- 0,2	4,4 +/- 0,3
L2648/14	KS	57,3	0,5	18,5	0,9	21	1,4	2,7 +/- 0,2	0,9 +/- 0,1	3,6 +/- 0,3
L2649/14	KS	47,7	0,4	31,1	1,6	17,9	1,2	2,7 +/- 0,2	1,7 +/- 0,1	4,4 +/- 0,3
L2831/14	BS	41,1	0,4	40	2	16,7	1,1	2,5 +/- 0,2	2,4 +/- 0,2	4,9 +/- 0,3
L2833/14	BS	41,7	0,4	39,3	2	17	1,2	2,5 +/- 0,2	2,3 +/- 0,2	4,8 +/- 0,3
L2834/14	BS	41,5	0,4	40,7	2,1	15,8	1,1	2,6 +/- 0,2	2,6 +/- 0,2	5,2 +/- 0,4
L2835/14	BS	46,1	0,4	34,1	1,7	17,7	1,2	2,6 +/- 0,2	1,9 +/- 1,9	4,5 +/- 0,3
L2836/14	BS	40,9	0,4	41,9	2,1	15,3	1	2,7 +/- 0,2	2,7 +/- 0,2	5,4 +/- 0,4
L2837/14	BS	46,1	0,4	33,5	1,7	18,2	1,2	2,5 +/- 0,2	1,8 +/- 0,2	4,4 +/- 0,3
L2838/14	BS	48,7	0,4	35,8	1,8	17,4	1,2	2,8 +/- 0,2	2,1 +/- 0,2	4,9 +/- 0,3
L2839/14	BS	49,5	0,4	35,8	1,8	16,4	1,1	3 +/- 0,2	2,2 +/- 0,2	5,2 +/- 0,4
L2840/14	BS	40,8	0,4	41,2	2,1	15,5	1,1	2,6 +/- 0,2	2,7 +/- 0,2	5,3 +/- 0,4
L2841/14	KS	44,6	0,4	30,7	1,6	21,5	1,5	2,1 +/- 0,1	1,4 +/- 0,1	3,5 +/- 0,2
L2842/14	KS	42,3	0,4	35,8	1,8	20	1,4	2,1 +/- 0,1	1,8 +/- 0,2	3,9 +/- 0,3
L2843/14	KS	52	0,4	19,5	1	23,5	1,6	2,2 +/- 0,1	0,8 +/- 0,1	3 +/- 0,2
L2844/14	KS	46,4	0,4	30,5	1,6	19,9	1,4	2,3 +/- 0,2	1,5 +/- 0,1	3,9 +/- 0,3
L2845/14	KS	49,8	0,4	25,2	1,3	21,3	1,5	2,3 +/- 0,2	1,2 +/- 0,1	3,5 +/- 0,2
L2846/14	KS	43,7	0,4	35,3	1,8	18,7	1,3	2,3 +/- 0,2	1,9 +/- 0,2	4,2 +/- 0,3
L2847/14	KS	41	0,4	40,3	2,1	16,2	1,1	2,5 +/- 0,2	2,5 +/- 0,2	5 +/- 0,4
L2848/14	KS	47,1	0,4	29,9	1,5	19,9	1,3	2,4 +/- 0,2	1,5 +/- 0,1	3,9 +/- 0,3
L2849/14	KS	47,2	0,4	29,3	1,5	20	1,4	2,4 +/- 0,2	1,5 +/- 0,1	3,8 +/- 0,3
L2850/14	KS	44,3	0,4	33,6	1,7	19,8	1,3	2,2 +/- 0,1	1,7 +/- 0,1	3,9 +/- 0,3
L2851/14	KS	42,2	0,4	37,3	1,9	18,7	1,3	2,3 +/- 0,2	2 +/- 0,2	4,3 +/- 0,3

12 Lebenslauf

PERSÖNLICHE DATEN

Name: Bakk.techn. Katharina Renteria
 Geburtstag: 11. März 1989 in Wien
 Anschrift: Trattenstraße 32, 9542 Villach
 Tel.: +43 699/181-381-66
 E-Mail: k.renteria@outlook.com

STUDIUM

10.2007 - 06.2011 Bachelorstudium der Lebensmittelwissenschaften und Biotechnologie an der Universität für Bodenkultur in Wien (BOKU)
 Seit Oktober 2011 Master-/Diplomstudium der Lebensmittelwissenschaften und – Technologie an der BOKU

PRAKTIKA

September 2009 Austria Tabak GmbH im Bereich Research & Development/ÖKOLAB:
 Analytik flüchtiger und semiflüchtiger Substanzen im Rauch
 Bedienung GC/MS, Bearbeiten der Daten mit Agilent ChemStation

Februar - März 2010 Plant and Food Research:
 Photometrische Analysen von Pinot Noir

Juli – August 2012 Lebensmitteluntersuchungsanstalt Kärntens (LUA):
 Mikrobiologische Bade- und Trinkwasseranalyse,
 Lebensmittelanalyse

Sept. 2013 – Sept. 2014 Diplomarbeit an der LUA: Polycyclische aromatische Kohlenwasserstoffe in geräucherten Fleischwaren mittels HPLC-FLD

SONSTIGE QUALIFIKATIONEN

Sprachkenntnisse Englisch – fließend
 Spanisch – sehr gute Kenntnisse

EDV- Kenntnisse MS Word, MS Excel, MS Powerpoint, Agilent ChemStation for HPLC