



OID

VERBAND DER ÖLSAATEN-
VERARBEITENDEN INDUSTRIE
IN DEUTSCHLAND

Symposium

„3-MCPD & Co: Eine Bilanz nach acht Jahren Forschung“

20.-21. April 2015, Hotel Aquino, Berlin

**Analytik von 3-MCPD, 2-MCPD- und Glycidylfettsäureestern
in einer fettreichen Matrix**



WALTER RAU
NEUSSER ÖL UND FETT AG

Analytik von 3-MCPD, 2-MCPD- und Glycidylfettsäureestern in einer fettreichen Matrix

- ✧ Projektbeschreibung
- ✧ Vorgehensweise
- ✧ Beispiel Nuss-Nougat-Creme
- ✧ Beispiel Rührkuchen
- ✧ Beispiel Mürbegebäck
- ✧ Zusammenfassung





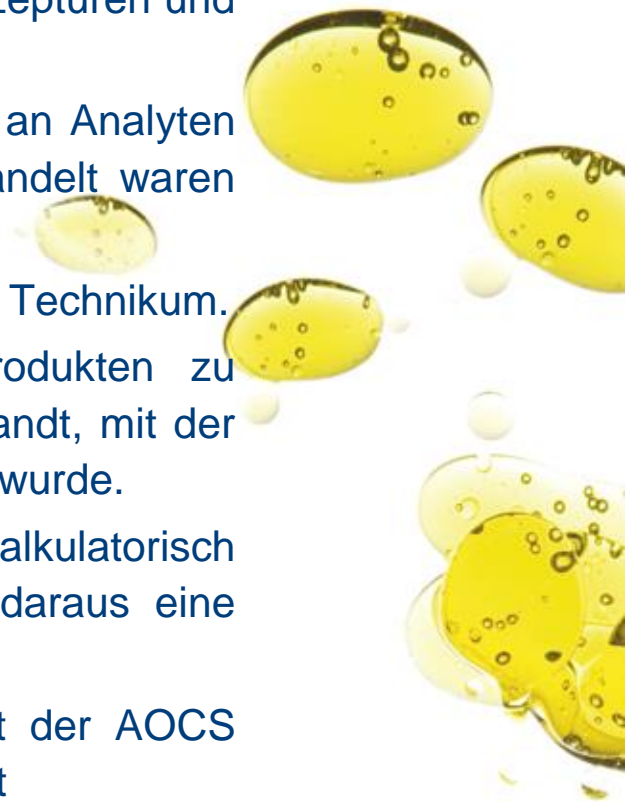
Projektbeschreibung

- ☉ Ziel der Untersuchung an komplexen fettreichen Lebensmitteln war, den Zusammenhang zwischen der Konzentration von 3-MCPD & Co. im Rezepturbestandteil Pflanzenfett/-öl und der Gehalte im fertigem Endprodukt am Beispiel Nuss-Nougat-Crème, Rührkuchen und Mürbegebäck zu ermitteln. An letzterem wurde auch noch der Einfluss von NaCl auf die Bildung von 2-MCPD- und 3-MCPD-Fettsäureestern untersucht.
- ☉ Für die Analytik der Fettsäureester von 3-Monochlorpropane-1,2-diol (3-MCPD), 2-Monochlorpropan-1,3-diol (2-MCPD) und 2,3-Epoxy-1-propanol (Glycidol) gibt es mit den AOCS Official Method Cd 29a-c 13 verschiedene ausgereifte Methoden.
- ☉ Die Walter Rau AG arbeitet im eigenem Labor nach der AOCS Official Method Cd 29a-13, die von Alessia Ermacora und Karel Hrnčirik (Unilever Research, Vlaardingen) entwickelt wurde.



Methodik

- ✧ Für die Durchführung des Projektes wurden übliche Rezepturen und Prozessparameter verwendet.
- ✧ Die einzelnen Zutaten wurden vorher auf ihren Gehalt an Analyten untersucht, wenn sie fetthaltig und thermisch vorbehandelt waren (z.B. geröstete Haselnüsse).
- ✧ Die Herstellung aller Fertigprodukte erfolgte im eigenem Technikum.
- ✧ Um die Fettphase aus den Zutaten und Fertigprodukten zu extrahieren, wurde die DGF-Methode B-I 5(12) angewandt, mit der Modifizierung, das nur einmal 4 Stunden lang extrahiert wurde.
- ✧ Die Extrakte wurden entsprechend analysiert, mit den kalkulatorisch ermittelten Werten aus den Zutaten verglichen und daraus eine Wiederfindungsquote errechnet.
- ✧ Zusätzlich wurden alle Fertigprodukte auch direkt mit der AOCS Official Method Cd 29a-c 13 aufgearbeitet und analysiert



Nuss-Nougat-Creme



WALTER RAU
NEUSSER ÖL UND FETT AG





Rezeptur/Herstellung

Die einzelnen Zutaten (s.u.) wurden jeweils für einen 2kg Ansatz eingewogen, vorgewalzt und conchiert. Das Lecithin wurde erst 3 Minuten vor Ende der Bearbeitung hinzugefügt.

Als Pflanzenfett für die 4 Ansätze wurden 4 verschiedene Mischungen mit unterschiedlichen Gehalten der Analyten verwendet.

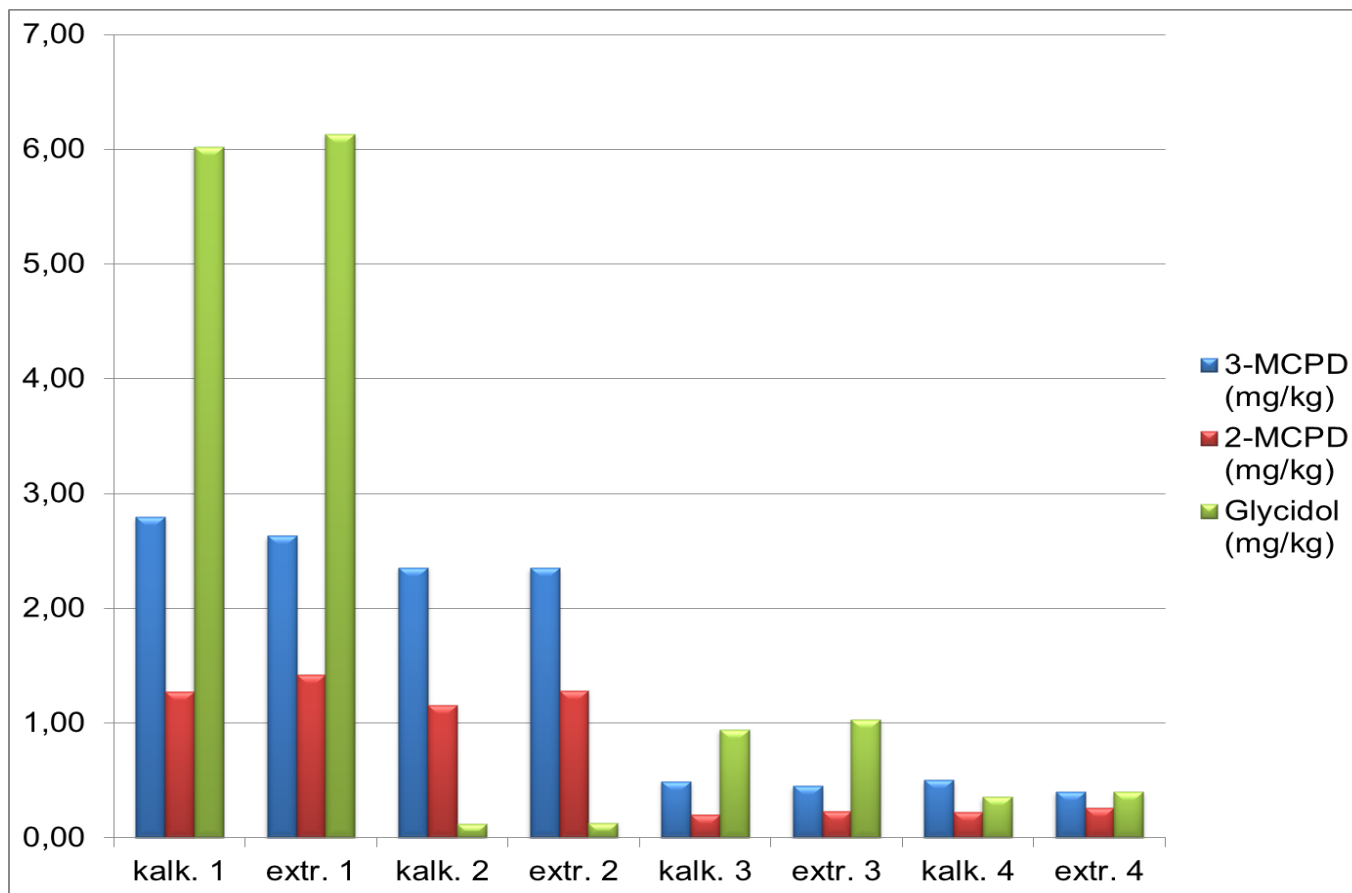
Zutaten	Anteil Zutat	Fettgehalt in Zutat	Anteil Fett in Rezeptur	Anteil Fett von Gesamtfett
Kakaopulver n.alk 10/12	6,7%	11,0%	0,7%	2,2%
Zucker	50,0%	0,0%	0,0%	0,0%
Haselnuß	10,0%	65,0%	6,5%	19,1%
Magermilchpulver	6,6%	1,0%	0,1%	0,2%
Pflanzenfett	26,3%	100,0%	26,3%	77,3%
Lecithin	0,4%	100,0%	0,4%	1,2%
Summe	100,0%		34,0%	100,0%

Ergebnisse

Bezeichnung	Bezeichnung Abkürzung	3- MCPD (mg/kg)	2- MCPD (mg/kg)	Glycidol (mg/kg)
Pflanzenfettmischung 1 mit hohem Gehalt an Analyten		3,61	1,64	7,78
Pflanzenfettmischung 2 mit niedrigem Gehalt an Analyten		3,04	1,49	0,15
Pflanzenfettmischung 3 mit niedrigem Gehalt an Analyten		0,63	0,25	1,21
Pflanzenfettmischung 4 mit sehr niedrigem Gehalt an Analyten		0,64	0,28	0,45
Fettextrakt aus gerösteten Haselnüssen		0,02	0,02	0,03
Fettextrakt aus Kakaopulver		0,07	0,03	0,06
Lecithin		0	0	0
Berechnet 2,2% Kakaobutter 19,1% Haselnußöl 77,3% Pflanzenfett 1	kalk. 1	2,80	1,27	6,02
Fettextrakt aus Nussnougatcreme	extr. 1	2,63	1,42	6,13
Direktanalyse von Nussnougatcreme	direkt 1	3,52	1,78	130,79
Berechnet 2,2% Kakaobutter 19,1% Haselnußöl 77,3% Pflanzenfett 2	kalk. 2	2,36	1,16	0,12
Fettextrakt aus Nussnougatcreme	extr. 2	2,35	1,28	0,13
Direktanalyse von Nussnougatcreme	direkt 2	2,27	1,17	13,60
Berechnet 2,2% Kakaobutter 19,1% Haselnußöl 77,3% Pflanzenfett 3	kalk. 3	0,49	0,20	0,94
Fettextrakt aus Nussnougatcreme	extr. 3	0,45	0,23	1,03
Direktanalyse von Nussnougatcreme	direkt 3	0,64	0,31	61,70
Berechnet 2,2% Kakaobutter 19,1% Haselnußöl 77,3% Pflanzenfett 4	kalk. 4	0,50	0,22	0,35
Fettextrakt aus Nussnougatcreme	extr. 4	0,4	0,26	0,4
Direktanalyse von Nussnougatcreme	direkt 4	1,34	0,70	2,03



Kalkuliert vs. extrahiert





Fazit:

- ✧ Für die getestete Zutatenmatrix funktioniert die Methode zuverlässig, wenn als Aufarbeitungsschritt eine Extraktion der Lipidphase durchgeführt wird.
- ✧ Die errechneten Gehalte stimmen über den gesamten Konzentrationsbereich mit den gefundenen Werten erstaunlich gut überein:
 - Wiederfindungsrate für 3-MCPD = 95%
 - Wiederfindungsrate für 2-MCPD = 112%
 - Wiederfindungsrate für Glycidol = 104%
- ✧ Von einer Direktanalyse ist unbedingt abzuraten



Rührkuchen



WALTER RAU
NEUSSER ÖL UND FETT AG



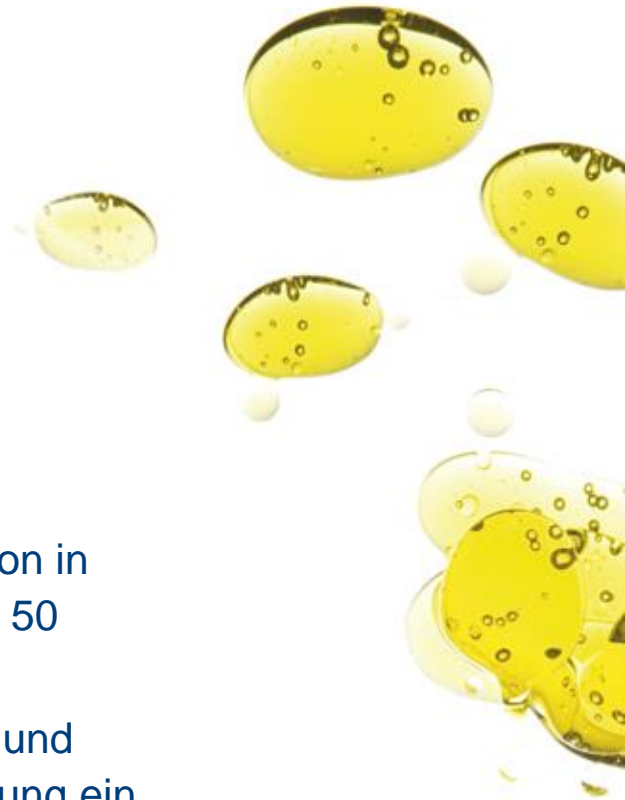


WALTER RAU
NEUSSER ÖL UND FETT AG

Rezeptur/Herstellung

250 g Fett (3 unterschiedliche Chargen)
200 g Zucker
300 g, 5 Eier á 60g (o.Schale)
250 g Weizenmehl 550
10 g Backpulver (Natriumhydrogencarbonat)
2 g Aroma

- ✧ Drei Teige wurden mit einem Hobart-Mixer hergestellt.
- ✧ Nach dem Anrühren des Teiges wurden 400 Gramm davon in eine Kastenform gefüllt und in einem Etagenbackofen für 50 min. bei 190°C gebacken.
- ✧ Basierend auf einem Lipidgehalt von 1% im Weizenmehl und 11% im Ei, ergibt sich in der Gesamtlipid-Zusammensetzung ein Anteil des Pflanzenfettes von rund 87%.



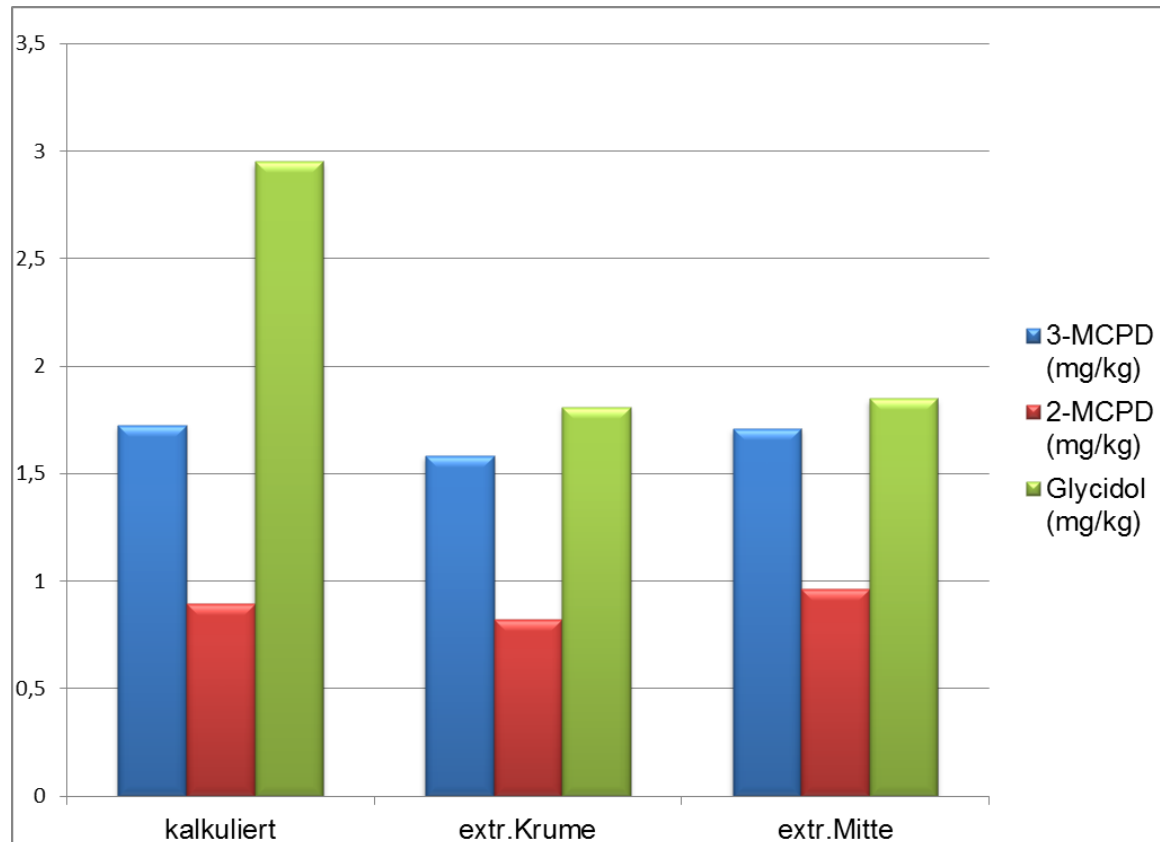
Ergebnisse

Bezeichnung	Bezeichnung Abkürzung	3-MCPD (mg/kg)	2-MCPD (mg/kg)	Glycidol (mg/kg)
Pflanzenfettmischung Charge 1		2,46	1,15	3,78
Pflanzenfettmischung Charge 2		1,43	0,87	2,70
Pflanzenfettmischung Charge 3		2,06	1,06	3,70
Mittelwert Pflanzenfettmischung		1,98	1,03	3,39
Berechnet (87% Pflanzenfett von Gesamtfett)	kalkuliert	1,73	0,89	2,95
Fettextrakt aus Krume	extr.Krume	1,58	0,82	1,81
Direktanalyse aus Krume	direkt Krume	1,67	0,94	2,04
Berechnet	kalkuliert	1,73	0,89	2,95
Fettextrakt aus Mitte	extr.Mitte	1,71	0,96	1,85
Direktanalyse aus Mitte	direkt Mitte	1,64	1,07	2,91





Kalkuliert vs. extrahiert





Fazit:

- ✧ Für die getestete Zutatenmatrix funktioniert die Methode zuverlässig, wenn als Aufarbeitungsschritt eine Extraktion der Lipidphase durchgeführt wird.
- ✧ Die errechneten Gehalte stimmen, mit Ausnahme des Glycidols, mit den gefundenen Werten erstaunlich gut überein
 - Wiederfindungsrate für 3-MCPD = 95%
 - Wiederfindungsrate für 2-MCPD = 100%
 - Wiederfindungsrate für Glycidol = 62%
- ✧ Eine Direktanalyse ist auch hier nicht empfehlenswert





WALTER RAU
NEUSSER ÖL UND FETT AG

Mürbegebäck





WALTER RAU
NEUSSER ÖL UND FETT AG

Rezeptur/Herstellung

600 g Fett (3 unterschiedliche Chargen)
350 g Zucker
180 g Eier, 3 Stück á 60 g (o.Schale)
5 g Salz (je ein Teig mit und ohne Salz)
8 g Aroma
1200 g Weizenmehl Typ 550

- ✧ Alle sechs Teige wurde mit einem Hobart-Kneiter hergestellt.
- ✧ Nach dem Kneten folgte eine Stunde Teigruhe im Kühlschrank, ehe die Kekse geformt und auf einem Blech in einem Etagenbackofen für 15 min. bei 180°C gebacken wurden.
- ✧ Basierend auf einem Lipidgehalt von 1% im Weizenmehl und 11% im Ei, ergibt sich in der Gesamtlipid-Zusammensetzung ein Anteil des Pflanzenfettes von rund 95%.

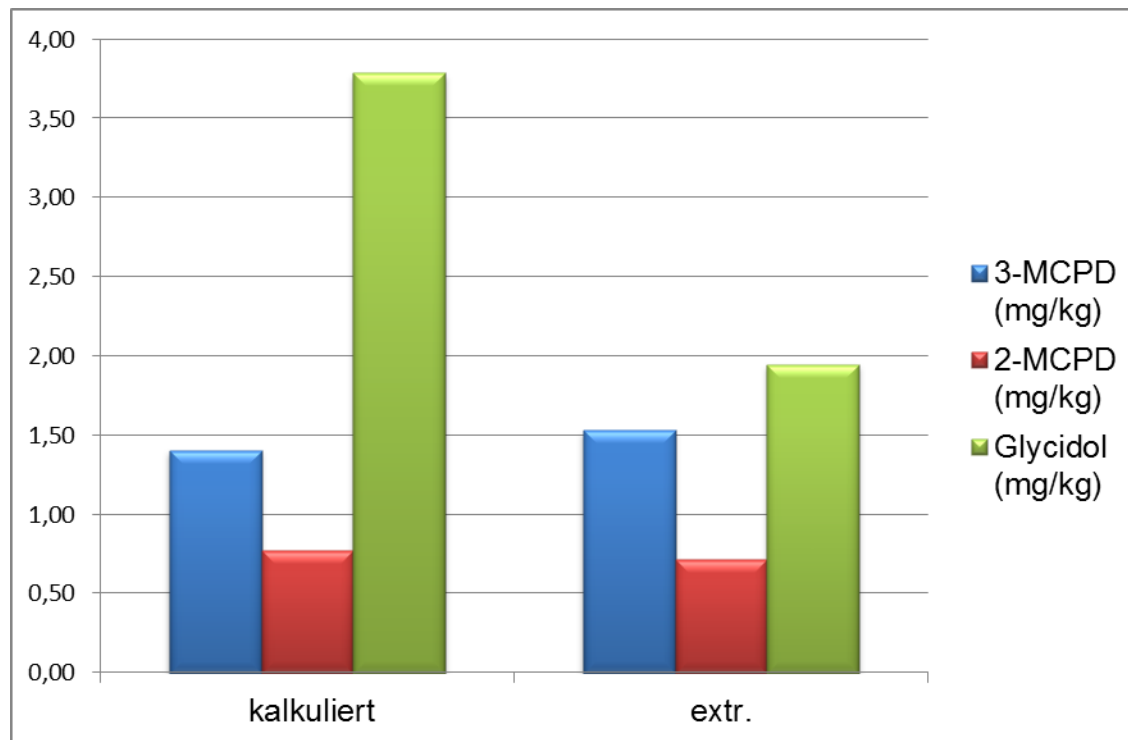


Ergebnisse

Bezeichnung	3-MCPD (mg/kg)	2-MCPD (mg/kg)	Glycidol (mg/kg)	3-MCPD (mg/kg)*	2-MCPD (mg/kg)*	Glycidol (mg/kg)*
Pflanzenfettmischung Charge 1	2,46	1,15	3,78	2,46	1,15	3,78
Pflanzenfettmischung Charge 2	0,74	0,47	4,01	0,74	0,47	4,01
Pflanzenfettmischung Charge 3	1,24	0,81	4,17	1,24	0,81	4,17
Mittelwert Pflanzenfettmischung	1,48	0,81	3,99	1,48	0,81	3,99
Berechnet (95% Pflanzenfett Charge1 von Gesamtfett)	2,34	1,09	3,59	2,34	1,09	3,59
Fettextrakt	2,50	1,05	1,60	2,52	1,14	1,56
Direktanalyse	2,33	1,17	1,54	2,01	0,84	1,46
Berechnet (95% Pflanzenfett Charge 2 von Gesamtfett)	0,70	0,45	3,81	0,70	0,45	3,81
Fettextrakt	1,00	0,56	2,10	1,01	0,48	1,84
Direktanalyse	0,83	0,50	2,30	0,86	0,40	1,86
Berechnet (95% Pflanzenfett Charge 3 von Gesamtfett)	1,18	0,77	3,96	1,18	0,77	3,96
Fettextrakt	1,09	0,54	2,14	1,19	0,54	1,66
Direktanalyse	1,06	0,59	1,98	0,95	0,39	1,77
						*= Gebäck mit Salz

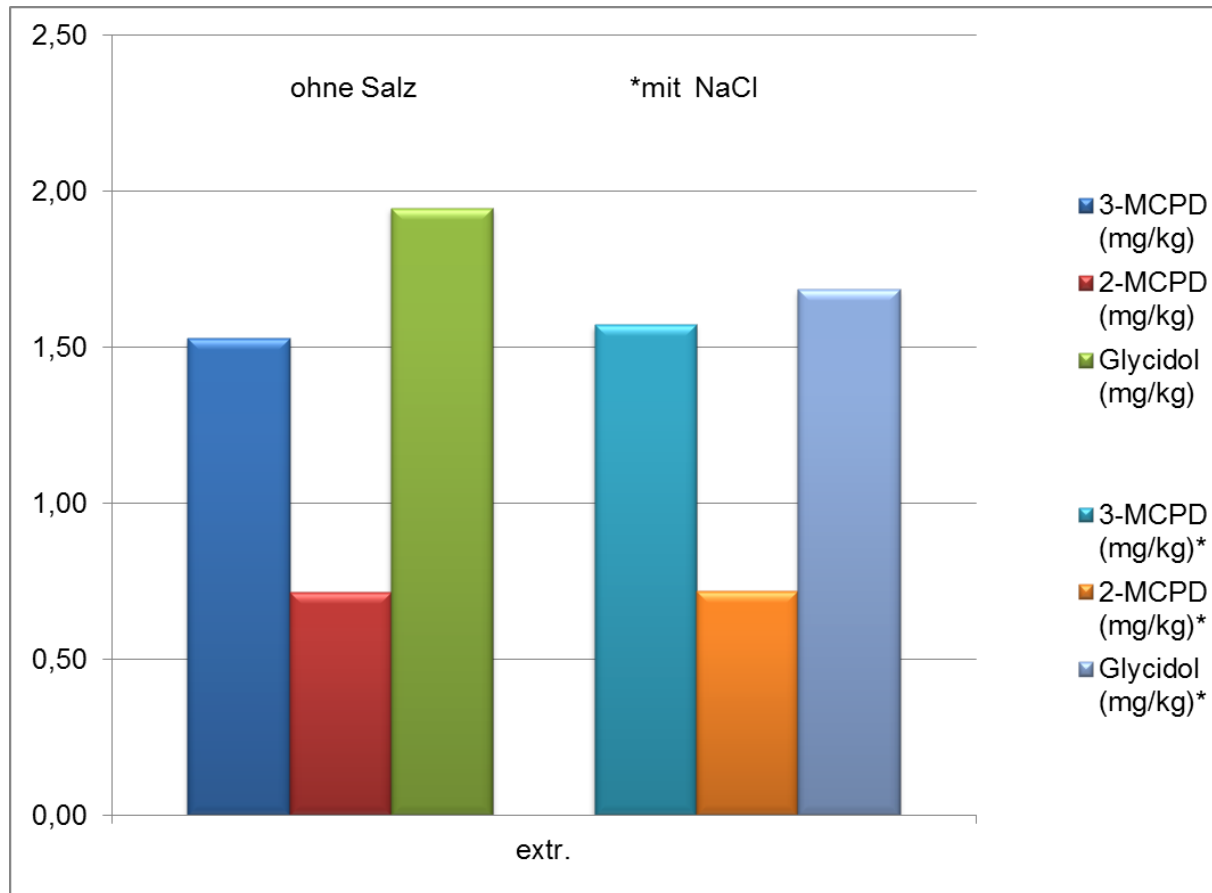


Kalkuliert vs. extrahiert





Gebäck mit/ohne NaCl





Fazit:

- ✧ Für die getestete Zutatenmatrix funktioniert die Methode zuverlässig, wenn als Aufarbeitungsschritt eine Extraktion der Lipidphase durchgeführt wird.
- ✧ Die errechneten Gehalte stimmen, mit Ausnahme der Glycidylester, mit den gefundenen Werten erstaunlich gut überein
 - Wiederfindungsrate für 3-MCPD = 110%
 - Wiederfindungsrate für 2-MCPD = 93%
 - Wiederfindungsrate für Glycidol = 48%
- ✧ Eine Direktanalyse ist auch hier nicht empfehlenswert

Zusammenfassung

Untersuchte Matrix	Wiederfindungsrate in Fettphase nach Extraktion in %		
	3-MCPD	2-MCPD	Glycidol
Nuss-Nougat-Creme	95	112	104
Rührkuchen	95	100	62
Mürbegebäck	110	93	48

- ☞ Die AOCS Official Method Cd 29a-13 ist gut zur Untersuchung der vorgestellten Beispiele geeignet, wenn zuvor die Fettphase wie beschrieben isoliert wurde.
- ☞ Die Ergebnisse für 3-MCPD- und 2-MCPD im verwendeten Fett korrespondieren gut mit den berechneten und gefundenen Werten in den Lebensmitteln – d.h. aus den Werten kann im Umkehrschluss mit relativer Sicherheit auf den Gehalt an Analyten im Pflanzenfett geschlossen werden.
- ☞ Die Ergebnisse für Glycidol sind für die Gebäcke unbefriedigend was die Wiederfindung anbelangt aber positiv als das der Backprozess hier zu einer deutlichen Reduzierung zu führen scheint.
- ☞ Eine Anstieg der Analyten durch den Backprozess konnte nicht festgestellt werden, selbst der Zusatz von Kochsalz im Gebäck blieb bei den gewählten Backparametern ohne signifikante Wirkung.



Ein besonderer Dank an Petra Klagge, Andreas Dieck, Manfred Bacher, Johannes Brunemann und Udo Theisejans, die dieses umfangreiche Projekt tatkräftig unterstützt haben



**Vielen Dank für Ihre
Aufmerksamkeit**