

## Poliaromás szénhidrogének meghatározása ásványolajtermékekben és élelmiszerekben

SOÓS KATALIN

Országos Élelmezés- és Táplálkozástudományi Intézet, Budapest

Érkezett: 1972. február 16.

A policiklusos aromás szénhidrogének az ember környezetében mindenütt jelen vannak (víz, talaj, légkör, növények élelmiszerek stb.) (2, 3, 6, 12, 21, 22), s mennyiségük a technikai forradalom előretörésével párhuzamosan növekszik (8).

Ezeknek a szénhidrogéneknek egy része bizonyítottan *rákkeltő hatású* (4, 10, 20), ami annyit jelent, hogy a lakosság veszélyeztetettsége ezekből az ún. exogén forrásokból növekedőben van.

Az ember környezetében leggyakrabban előforduló poliaromás szénhidrogének karcinogén aktivitása különböző. Erre vonatkozóan az 1. sz. táblázatban ismertetünk néhány adatot.

1. táblázat

Néhány fontosabb poliaromás szénhidrogén karcinogén aktivitása\*

Poliaromás szénhidrogén	D. Hoffmann és E. L. Wynder szerint (13)	W. Fritz szerint (7)
1,2-benzantracén .....	+	+
Fluorantén .....	-	-
Krizén .....	+	+
Pirén .....	-	-
1,2-benzpirén .....	±	-
3,4-benzpirén .....	+++	+++
1,2,5,6-dibenzantracén .....	+++	+++
20-metilkolantrén .....		+++
Perilén .....	-	-
1,12-benzperilén .....	±	-
3,4-benzfluorantén .....	++	++
Antantrén .....		-
Koronén .....		-
Indenopirén .....		++

\* +++ erősen aktív                      ± igen gyengén aktív  
 ++ mérsékelten aktív                  - inaktív  
 + gyengén aktív

A táblázatban szereplő, karcinogénaktivitást nem mutató poliaromásos sem közömbösek az ember egészségére: a velük együtt előforduló karcinogén szénhidrogének aktivitását növelhetik vagy csökkenthetik. *Kunte* szerint (17) pl. az inaktív fluorantén és pirén, valamint a gyengén aktív 1,2-benzantracén növelik a 3,4-benzpirén amúgy is erős aktivitását annyiban, hogy a 3,4-benzpirén szervezetben való lebomlását elősegítő benzpirénhidroxiláz-enzim működését bénítják.

Mindezek azt bizonyítják, hogy szükség van olyan specifikus és érzékeny analitikai módszerre, amellyel a környezetünkben csekély mennyiségben előforduló poliaromás szénhidrogéneket meghatározhatjuk. Csak így van mód a szennyeződési források felkutatására, az elhárítás lehetőségeinek mérlegelésére és a szükséges intézkedések meghozatalára.

Jelen dolgozatunkban olyan eljárás kidolgozását tűztük ki célul, amellyel a poliaromás szénhidrogének minőségét és mennyiségét kis lipidtartalmú élelmiszerekben (gabonafélék, kávé, tea, élesztő, sütőipari termékek, rizs stb.), valamint ásványolajtermékekkel (nyers ásványolaj, „étkezési paraffinok”, mikrokristályos viaszok stb.) impregnált élelmiszercsomagoló anyagokban meg lehet határozni.

Valamennyi poliaromás szénhidrogén egyidejű meghatározására minden egyes mintában természetesen nincs mód – a legtöbb esetben 50–100 ilyen vegyület is jelen van a mintában –, a poliaromás szénhidrogén-szennyezettséget azonban általában a 3,4-benzpirén és még néhány jellemző, viszonylag nagy mennyiségben előforduló poliaromás szénhidrogén meghatározásával jól lehet jellemezni.

### A poliaromás szénhidrogének meghatározásának lehetőségei

A poliaromás szénhidrogéneknek nincs olyan jellegzetes, könnyen reakcióba lépő atom-csoportja, amelyet azonosításukra, ill. meghatározásukra fel lehetne használni. Meghatározásuk rendszerint *UV-abszorpciós* (1, 5, 7, 11, 14) vagy *fluoreszcenciás-emissziós spektrumuk* (9, 18) alapján történik. Félkvantitatív meghatározásukat vékonyréteg-kromatogramon, UV-fényben való detektálással: a fluoreszkáló foltok vizuális értékelésével is el lehet végezni (9).

Az UV-, illetve fluoreszcencia-spektrumok felvétele előtt a mindig együttesen előforduló poliaromás szénhidrogéneket *el kell választani* egymástól legalább annyira, hogy az egy-egy frakcióban található poliaromások jellegzetes abszorpciós vagy fluoreszcenciás maximumai ne zavarják egymást.

Az UV-spektrumok alapján a meghatározás pontos, jól reprodukálható, de nem túlságosan érzékeny (0,5–10  $\mu\text{g/ml}$ ), a fluoreszcencia-spektrumok alapján viszont nagyon érzékeny (0,01–1  $\mu\text{g/ml}$ ), de a különféle, fluoreszcenciát kioltó tényezők miatt nem mindig megbízható (21).

A poliaromás szénhidrogének *kivonása* a különféle mintákból és a *kivonatok tisztítása* külön problémát jelent, különösen azért, mert ezek a vegyületek már a levegő oxigénjének hatására is oxidálódnak (19), s a nap UV-sugarai is elősegítik bomlásukat (15).

A poliaromások kivonására a benzol, ciklohexán, izooktán, metanol vagy diklórmetán a leggyakrabban használt oldószerek (7, 14, 18). Az oldószeres kivonatok tisztítását sokféle (sokszor bonyolult), több lépéses eljárásokkal végzik, melyeknek fontos elemei a folyadék/folyadék megoszlás, az oszlop-kromatográfia és a preparatív papír- és vékonyréteg-kromatográfia (1, 3, 7, 9, 11, 16, 18). A poliaromás szénhidrogének kvantitatív meghatározására élelmiszerekben hazai eljárások, ill. adatok – a hozzáférhető szakirodalom alapján – ez ideig nem álltak rendelkezésre.

Az általunk kidolgozott és a következőkben ismertetett eljáráshoz a *Howard* és munkatársai (14), valamint *Kunte* közleményeiben (16) közltekéből használtunk fel több elemet.

### A módszer elve

A poliaromás szénhidrogéneket az élelmiszerekből benzollal extraháljuk, majd a besűrített kivonatot izooktánban oldjuk. Az ásványolaj-termékek izooktánban közvetlenül is feloldhatók. Ezután a zsírok, olajok és paraffin-féleségek zömének eltávolítása végett az oldatot dimetilszulfoxid-foszforsav elegyével kirázzuk. A dimetilszulfoxidos kivonat gyakorlatilag teljes mennyiségben tartalmazza a négy és annál több gyűrűs poliaromásokat, olajat viszont csak keveset visz magával. A dimetilszulfoxid eltávolítását közvetlenül bepárlással nem lehet elvégezni (csak vákuumdesztillációval), ezért az oldatot sok vízzel hígítjuk, majd a poliaromásokat izooktánba rázzuk át.

Az izooktános oldat további tisztítása aktívált florizil oszlopon történik. Az oszlopról a poliaromásokat benzollal eluáljuk. A maradék szennyeződések eltávolítását, továbbá a poliaromások részleges elválasztását vékonyréteg-kromatográfián végezzük el, keverék adszorbens lemezen (alumíniumoxid + szilikagél + acetilált cellulóz).

A rétegből az UV-fényben fluoreszkáló, egymástól jól elkülönülő csíkokat kikaparjuk, s a poliaromásokat az adszorbensből benzollal eluáljuk. A benzol teljes eltávolítása után a maradékot ciklohexánban oldjuk, s felvesszük az oldatok UV-spektrumát. A poliaromások jellemző maximumai élesen jelennek meg a spektrumon. A mennyiségi értékelés a jellegzetes abszorpciós maximumok alapján „base-line” technikával (5), a tiszta standard vegyületekkel elkészített kalibrációs egyenesek segítségével történik.

### A vizsgálati módszer leírása

#### *Szükséges anyagok és eszközök:*

Dimetilszulfoxid, p. a.

Izooktán, p. a.

Foszforsav, p. a. 85%-os

Extraháló elegy: 300 ml dimetilszulfoxidot 75 ml foszforsavval rázótölesérben elegyítünk, majd a felmelegedett elegyet lehűlni hagyjuk. Az elegyet ezután izooktánnal telítjük. (Vigyázat, az elegy nedvszívó, a levegő nevésségétől is óvni kell!)

Nátriumsulfát, p. a., vízmentes

Ciklohexán, frissen desztillált

Benzol, frissen desztillált

Florizil, 60/100 mesh, izooktánnal mosott és szárított. A gyári készítmény általában megfelelő aktivitású. Aktivitását a következőképp ellenőrizzük: 10 gr florizilt, majd 15 gr vízmentes nátriumsulfátot 1,5 cm átmérőjű kromatografáló csőben üvegyapóra rétegezzük. Az oszlopra 2 µg 3,4-benzpirént viszünk. Az oszlopot 80 ml izooktánnal mossuk. A mosófolyadéknak 3,4-benzpirént nem szabad tartalmaznia. Az eluciót 80 ml benzollal végezzük, s az eluátumban a 2 µg benzpirént kvantitatíve vissza kell kapni.

Üvegyapot

Acetilált cellulózpor, MN 300 Ac, 40% acetiitartalmú, kötőanyag nélkül

Alumíniumoxid G, Merck, 10% gipsztartalmú

Kieselgel G, Merck, 13% gipsztartalmú

Metanol, p. a.

Etanol, 96%-os

Etiléter, p. a., peroxidmentes

Policiklusos aromás szénhidrogén standardok:

1,2-benzantracén

1,2-benzpirén

3,4-benzpirén

1,12-benzperilén

1,2,5,6-dibenzantracén

fluorantén

krizén

koronén

perilén

pirén

A 10–100  $\mu\text{g/ml}$ -es törzsoldatokat ciklohexánal készítjük és hűtőszekrényben tároljuk (néhány hónapig bomlatlanul eltarthatók).

Vizfürdő

Desaga, vagy ennek megfelelő vékonyréteg-felkenő berendezés

Hamilton, vagy ennek megfelelő 10  $\mu\text{l}$ -es mikro-fecskendő

UV-spektrofotometer, regisztráló berendezéssel, pl. Unicam SP – 1800-as készülék

Melegítőköpenyes rázóhenger (ipari melegvíz átáramlással fűtött rázóhenger)

Rotációs vákuumbepárló készülék

Nitrogénpalack, nyomásesőkkentő szeleppel

Laboratóriumi kvarclámpa (UV-lámpa), 366 nm hullámhosszú fénnel

Kromatografáló oszlopok: 20 cm hosszal, 1,5 cm belső átmérővel

25 cm hosszal, 3,0 cm belső átmérővel

Nagy méretű Soxleth extraktor (extraháló térfogat: 500 ml, gyűjtőlombik térfogat: 1000 ml)

Turmix készülék

## Kivonás

A kevés zsírt és nedvességet tartalmazó élelmiszer- (pörköltkávé, rizs, tea, gabona stb.) átlagmintát turmix készülékben durván megőröljük. A Soxleth készüléket összeállítjuk és a következőképpen töltjük meg: 3–4 gr üvegyapóra kb. 2 cm magasságban vízmentes nátriumsulfátot, majd 100 gr porított élelmiszert rétegezzük. A készüléket forrásban levő vízfürdőre helyezük, s az extrakciót a szükségletnek megfelelően 500–600 ml benzollal 8 órán át folytatjuk, legalább 2 ciklus/óra sebességgel.

A benzolos kivonatot rotációs vákuumbepárlón éppen szárazra pároljuk, majd a maradékot 50 ml izooktánban feloldjuk.

A paraffinok és mikrokristályos viaszok esetében az extrakciós lépés szükségtelen, ezekből 10 gr-ot főzőpohárban vízfürdőn óvatosan megolvasztunk, majd 50 ml kb. 50 °C hőmérsékletű izooktánban feloldunk.

## Folyadék/folyadék megoszlás

Az élelmiszermintá izooktános oldatát 250 ml-es rázótölcsérbe, a paraffin, ill. viaszminták izooktános oldatát – a paraffinok, ill. viaszok megdermedésének elkerülése céljából – melegítőköpenyes rázóhengerbe visszük, s háromszor 25–25 ml extraháló eleggyel 3–3 percig rázzuk. Az alsó, dimetilszulfoxidos fázisokat egy másik, 250 ml-es rázótölcsérben egyesítjük. Az egyesített fázisokat – amelyek a négy és annál több gyűrűs szénhidrogéneket tartalmaznak – viaszmentesítés céljából 30 ml izooktánnal rövid ideig rázzuk, majd az alul elhelyezkedő dimetilszulfoxidos fázist 500 ml-es rázóhengerbe visszük át, s 200 ml deszt. vizet adunk hozzá. (A policiklusos szénhidrogének víz jelenlétében már nem oldódnak jól a dimetilszulfoxidban, s így izooktánba könnyen viaszarázhatók.)

A vizes oldatot kétszer 40–40 ml izooktánnal 3–3 percig alaposan rázzuk úgy, hogy a második kirázáshoz a vizes fázist másik, 500 ml-es rázótölcsérbe visszük át. Az egyesített izooktános fázisokat a dimetilszulfoxid nyomainak eltávolítása végett háromszor 50–50 ml deszt. vízzel kimossuk (fél-fél perc rázás), majd üvegyapotra helyeztett, izooktánnal megnedvesített vízmentes nátriumsulfátot tartalmazó tölcseren keresztül főzőpohárba engedjük.

## Oszlopkromatográfiás tisztítás

A 3 cm belső átmérőjű kromatografáló oszlopot a következőképpen töltjük meg: kevés, összegöngyölt üvegyapottra 15 g florizilt és 20 g vízmentes nátriumsulfátot rétegezzünk. Az oszlopot 100 ml izooktánnal átmoszuk, s rávisszük a mintánk előző lépésben kapott izooktános kivonatát. A lecsurgó izooktánt előntjük, s a policiklusos szénhidrogéneket az oszlopról 200 ml benzollal eluáljuk. Az eluátumot rotációs vákuumbepárlón éppen szárazra pároljuk, majd a maradékot azonnal kevés ciklohexánnal kónikus-végű centrifugacsőbe mossuk át. A centrifugacső tartalmát kb. 500  $\mu$ l-re hagyjuk szobalevegőn bepárlódni, a bepárlást esetleg nitrogén óvatos ráfúvásával segítjük elő.

## Vékonyrétegekromatográfiás elválasztás

A keverékadszorbens réteget a következőképpen készítjük: 14 g alumínium-oxidot, 14 g Kieselgelt és 12 g acetilált cellulózport szárazon elegyítünk, majd 75 ml etanollal homogén masszát keverünk belőlük. A masszából a felkenőberendezés segítségével 20×20 cm-es üveglapokra réteget húzunk (5 lapra elegendő). A lemezeket levegőn megszáradni hagyjuk, majd szárítószekrényben 110 °C-on egy órát aktiváljuk.

A szobahőfokra lehűlt lemezekre – mintánként egy-egy lemez felhasználásával – mikro-fecskendővel csíkban felvisszük a centrifugacsőben bepárolt kivonatot. A centrifugacsövet kevés izooktánnal utánamoszuk, s a mosófolyadékot is felvisszük a rétegre.

A kromatogramot izooktánnal futtatjuk negyven percig, majd légszáradás után metanol:éter:víz = 4:4:1 arányú elegyével ugyanebben az irányban a futtatást megismételjük, 12 cm frontmagasságig. A még nedves kromatogramot UV-lámpa alá helyezzük és a fluoreszkáló csíkokat éles tüvel megjelöljük. Rendszerint 3 csík különül el élesen egymástól: felülről lefelé haladva egy zölden, egy kékeslilán és egy sötétlilán fluoreszkáló csík. A csíkokat lapos, széles spatulával egyenként lekaparjuk a lemezről, s a lekapart adszorbensmennyiségeket rendre kevés üvegyapotot és vízmentes nátriumsulfátot tartalmazó, 1,5 cm belső átmérőjű kromatografáló oszlopokra visszük. Az adszorbensből a hatóanyagokat oszloponként 20–20 ml benzollal eluáljuk.

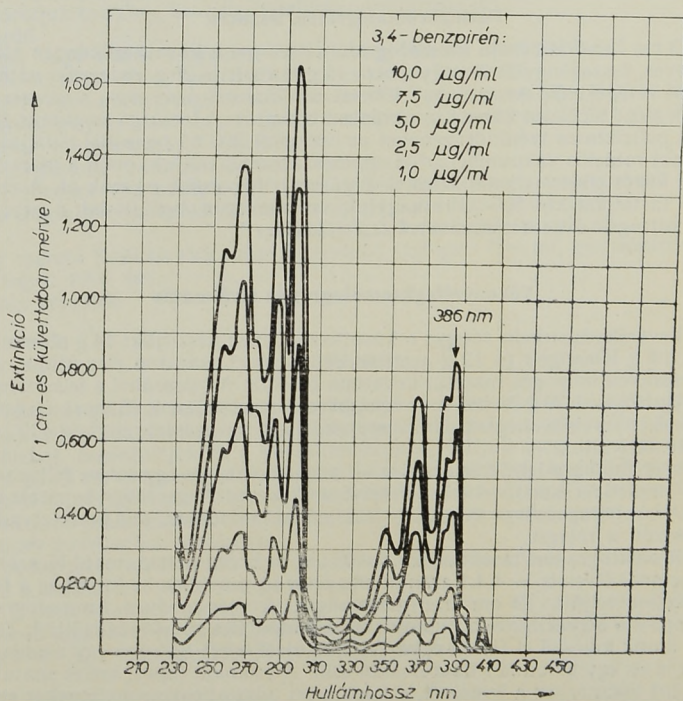
Az eluátumokat rotációs vákuumbepárlón éppen szárazra pároljuk, majd a bepárlást a benzol nyomainak eltávolítása végett 5 ml ciklohexánnal megismételjük. A száraz maradékot kevés ciklohexánnal azonnal beosztott centrifugacsőbe mossuk át, s az oldatok térfogatát pontosan 3,0 ml-re állítjuk be.

### UV-spektrofotometriás meghatározás

200–450 nm-es tartományban mérő, regisztráló spektrofotométerrel a lemezről lekapart 3 frakció kivonatának UV-spektrumát 230–450 nm közötti hullámhossz-tartományban, ciklohexán referenssel szemben felvesszük. A leírt elválasztási eljárással az egyes frakciókban megjelenő policiklusos aromás szénhidrogéneknek van olyan jellegzetes és intenzív abszorpciós maximuma, amelyet más poliromások jelenléte nem zavar.

A mennyiségi értékelést ezen maximumokon mért abszorpció alapján, „baseline” (alap-vonal) technikával (5), a tiszta standardok oldataival elkészített kalibrációs egyenesek segítségével végezzük.

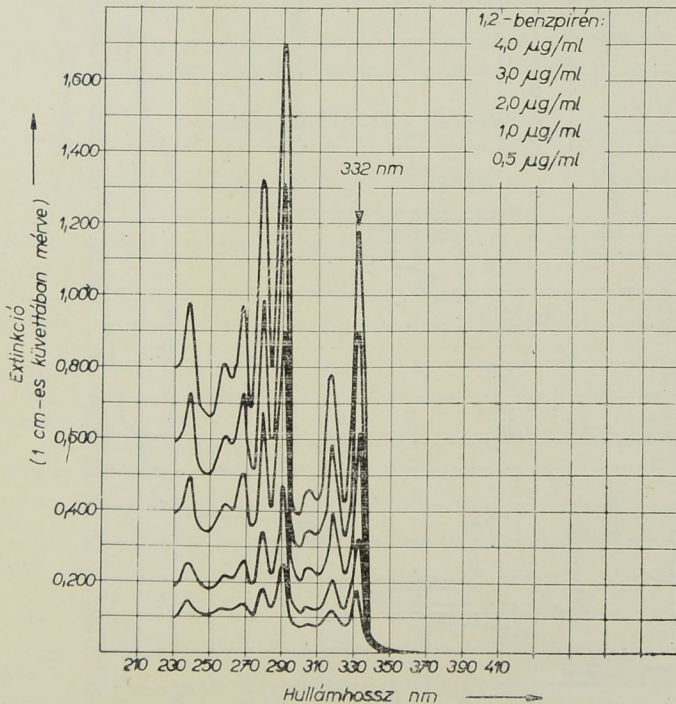
Az egyes frakciókban megjelenő poliromásokat és spektrofotométeres jellemzőket a 2. táblázat tartalmazza.



1. ábra  
A 3,4-benzpirén UV-spektruma  
(1; 2,5; 5; 7,5; és 10 µg/ml-es oldatok)

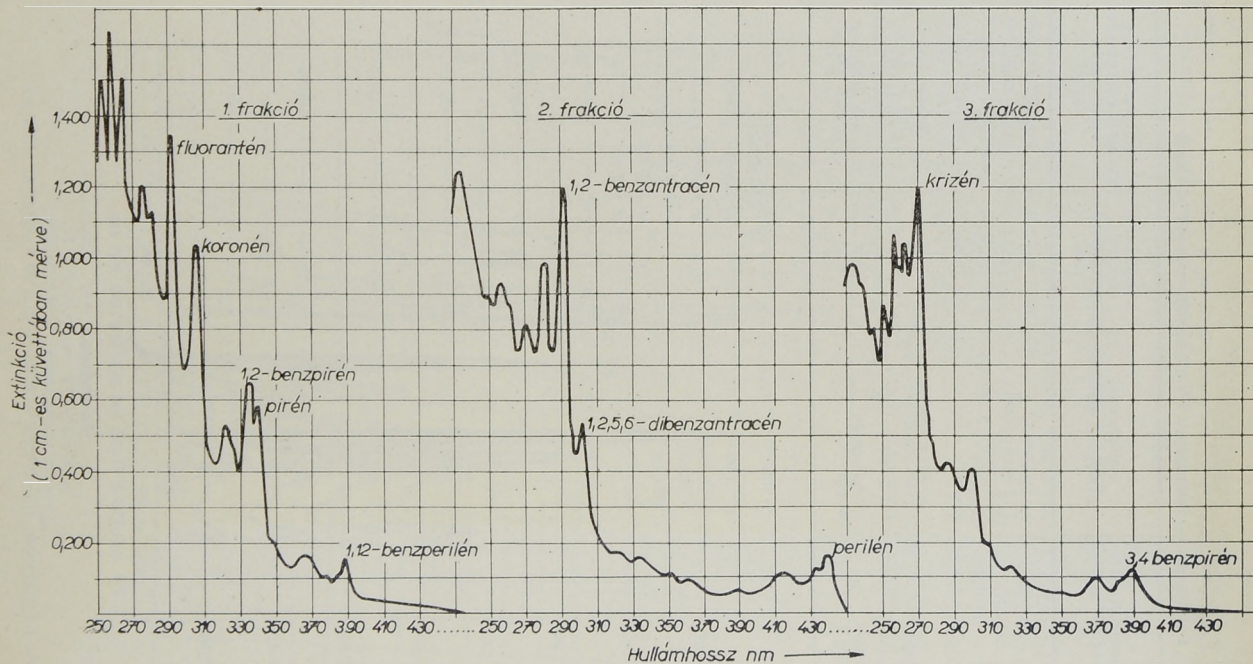
Poliaromás szénhidrogének UV-spektrofotométeres jellemzői

Frakció	A fluoreszcencia színe a rétegen	Poliaromás szénhidrogén	Abszorpciós mérési maximum nm	A kalibrációs egyenes javasolt koncentráció-tartománya $\mu\text{g/ml}$
1	zöld	1,2-benzpirén .....	332	0,25 – 4,0
		1,12-benzperilén ....	386	1,0 – 10,0
		Fluorantén .....	289	0,25 – 4,0
		Koronén .....	303	0,1 – 1,5
		Pirén .....	337	0,25 – 3,0
2	kékeslila	1,2-benzantracén ....	290	0,25 – 3,0
		1,2,5,6-dibenzantracén	299	0,1 – 1,5
		Perilén .....	438	1,0 – 6,0
3	sötétlila	3,4-benzpirén .....	386	1,0 – 10,0
		Krizén .....	270	0,25 – 2,0



2. ábra

Az 1,2-benzpirén UV-spektruma (0,5; 1; 2; 3; és 4  $\mu\text{g/ml}$ -es oldatok)



3. ábra Paraffinhoz hozzáadott poliaromások visszanyerési UV-spektrumai



Az alábbiakban bemutatjuk a 3,4-benzpirén és az 1,2-benzpirén UV-spektrumait 1–10 µg/ml, ill. 0,5–4,0 µg/ml koncentráció-tartományban, ciklohexános oldatban. A felvételek Unicam SP–1800-as spektrofotométeren, 230–450 nm-es hullámhossz-tartományban, 0,000–2,000 extinkciótartományban, 2 nm/sec hullámhossz-sebességgel, 10 sec/cm papírsebességgel, 0,2 nm-es résnyílás mellett, ciklohexán referenssel szemben készültek.

Az egyes poliaromások megjelenését a vékonyrétegről lekapart frakciók kivonatainak UV-spektrumában a 3. ábrán mutatjuk be.

### A módszer megbízhatóságának ellenőrzése

A poliaromás szénhidrogének meghatározása a módszer hosszadalmas munka és a vegyületek nagy oxidációs érzékenysége miatt még a leg gondosabb munka mellett sem eredményez tökéletes (95–100%-os) visszanyerést (7,14).

Eljárásunk ellenőrzéséhez poliaromásoktól gyakorlatilag mentes „étkezési paraffinokhoz”, valamint gyengén pörkölt kávéhoz adtunk hozzá egy, vagy több, vagy az általunk meghatározott valamennyi policiklusos szénhidrogénből ismert mennyiségeket. Ezekből a visszanyerési vizsgálatainkból ismertünk néhányat a 3. táblázatban. A táblázatban minden egyes poliaromás esetében a felső sor étkezési paraffinhoz 0,3 mg/kg-os szinten, az alsó sor gyengén pörkölt kávéhoz 0,015 mg/kg-os szinten hozzáadott poliaromásokra vonatkozik. (200 gr pörköltkávé + 3 µg standard, ill. 10 gr paraffin + 3 µg standard.)

Poliaromás szénhidrogének visszanyerése

3. táblázat

Poliaromás szénhidrogén	Hozzáadott standard µg	Visszanyert standard µg	Visszanyerés %
1,2-benzantracén	3,0	2,90	96
	3,0	1,56	52
1,2-benzpirén	3,0	2,55	85
	3,0	1,98	66
3,4-benzpirén	3,0	2,25	75
	3,0	1,82	60,5
1,12-benzperilén	3,0	2,13	71
	3,0	1,49	49,5
1,2,5,6-dibenzantracén	3,0	2,10	70
	3,0	1,26	42
Fluorantén	3,0	2,45	82
	3,0	1,79	59,5
Krizén	3,0	1,45	48
	3,0	1,16	38,5
Koronén	3,0	2,13	71
	3,0	1,46	48,5
Perilén	3,0	1,14	38
	3,0	1,48	49,2
Pirén	3,0	2,10	70
	3,0	1,82	61

A táblázatban látható, hogy a visszanyerés a hozzáadás szintjének a függvénye. Bár 0,015 mg/kg-os szint alatt a visszanyerés csak 50% körül van, a módszert alkalmasnak találjuk ezen nehezen analizálható vegyületcsoport okozta szennyeződés élelmezésegészségügyi ellenőrzésére.

A szakmai segítségért *Dr. Cielezsky Vilmos* osztályvezetőmnek, a gondos technikai munkáért *Kostyál Kálmánnak* mondok köszönetet. Köszönetet mondok továbbá *Dr. Török Szilveszternek* és *Dr. Kiszely Józsefnek*, a Konzerv-és Paprikaipari Kutatóintézet illetékes vezetőinek, hogy a spektrofotometriás mérések elvégzését lehetővé tették.

#### I R O D A L O M

- (1) G. Biernoth: Fette, Seifen, Anstrichmittel 70, 217, 1968.
- (2) J. Borneff, R. Fischer: Arch. Hyg. Berl. 146, 572, 1963.
- (3) Cielezsky V., Soós K.: Egészségtudomány 13, 218, 1969.
- (4) D. B. Clayson: Chemical Carcinogenesis, J. A. Churchill Ltd 104, Gloucester Place, London, 1962. 135–150 oldal.
- (5) R. L. Cooper: Analyst 79, 573, 1954.
- (6) Faragó L., Sáringer M., Móri J.: Egészségtudomány 14, 284, 1970.
- (7) W. Fritz: Nahrung 12, 639, 1968.
- (8) W. Fritz: Előadás a Magyar Hyg. Társ. 11. N. Kongresszusán, 1970. okt. 21.
- (9) C. Genest, D. M. Smith: J. A. O. A. C. 47, 894, 1964.
- (10) A. Graffi, H. Bielka: Probleme der experimentellen Krebsforschung, Akademische Verlagsges. Leipzig, 1959. 1–88. oldal.
- (11) G. Grimmer, A. Hildebrandt: J. Chromatography 20, 89, 1965.
- (12) G. Grimmer: Deutsche Apoth. Z. 108, 529, 1968.
- (13) D. Hoffmann, E. L. Wynder: Cancer, 13, 1062, 1960.
- (14) J. W. Howard és munkatársai: J. A. O. A. C. 49, 595, 1966.
- (15) H. Kriegel, L. Herforth: Naturforsch. 47, 5, 1957.
- (16) H. Kunte: Arch. Hyg. Bakt. 157, 193, 1967.
- (17) H. Kunte: Z. für Krebsforschung 72, 57, 1969.
- (18) J. L. Monkman, G. E. Moore, M. Katz: Am. Ind. Hyg. Assoc. 23, 487, 1962.
- (19) Z. Morlin, M. Sáringer: Nature 197, 907, 1961.
- (20) S. Neukomm: Problemes de Cancerologie Contemporaine, Lausanne, 1961. 27–162 oldal.
- (21) E. Sawicki: Chem. Anal. 53, 24, 1964.
- (22) Soós K., Cielezsky V.: Kolorisztikai Értesítő 17, 100, 1969.

### ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПОЛИАРОМАТНЫХ УГЛЕВОДОРОДОВ В НЕФТЕПРОДУКТАХ И ПИЩЕВЫХ ПРОДУКТАХ

К. Шоош

Автор знакомляет метод количественного определения десяти полициклических ароматных углеводородов в пищевых продуктах и нефтепродуктах с незначительным содержанием жира. Метод основывается на бензольном выделении, на изоктанном и диметилсульфоксидном распределении, на колонной очистке флуоризил, на определении проводимой на слое смеси адсорбентов (окись алюминия + силикагель + ацетилованный целлюлоз) а также на методе УФ-спектрофотометрическом определении.

Чувствительность метода 0,001 мг/кг 1,2,5,6-дибензантрацен, и 0,005 мг/кг 3,4-бензпирен. Остальные восемь еще определимые количества полиароматов находятся между этими двумя пределами. Регенерация в зависимости от содержания полиароматных углеводородов образца 50–80%.

## BESTIMMUNG VON POLYAROMATISCHEN KOHLENHYDROGENEN IN MINERALÖLPRODUKTEN UND LEBENSMITTELN

*K. Soós*

Verfasserin beschreibt eine für die quantitative Bestimmung von zehn polycyclischen aromatischen Kohlenhydrogenen in wenig Fett enthaltenden Lebensmitteln und Mineralölprodukten geeignete Methode. Das Verfahren beruht auf einer Extraktion mit Benzol, Verteilung zwischen Isooctan und Dimethylsulfid, Reinigung an einer Florizilsäure, Trennung auf einer Schicht von gemischten Adsorbenten (Aluminiumoxid + Silicagel + acetylierte Zellulose) sowie Bestimmung mit dem UV-Spektrophotometer.

Die Empfindlichkeit der Methode beträgt 0,001 mg/kg 1, 2, 5, 6-Dibenzanthracen, bzw. 0,005 mg/kg 3,4-Benzpyren. Die noch bestimmbare Menge der anderen acht polyaromatischen Verbindungen bewegt sich zwischen diesen beiden Grenzwerten. Die zurückgewonnene Menge beträgt je nach dem polyaromatischen Kohlenhydrogengehalt der Probe 50–80%.

## DETERMINATION OF POLYAROMATIC HYDROCARBONS IN MINERAL OIL PRODUCTS AND IN FOODS

*K. Soós*

A method is described for the quantitative determination of ten polycyclic aromatic hydrocarbons in foods poor in fat and in products of the mineral oil industry. The method is based on extraction with benzene, followed by partition between isooctane and dimethylsulphoxide, purification on a phlorrhizyl column, separation on a layer of adsorbent mixture (alumina plus silica gel plus acetylated cellulose) and determination by ultraviolet spectrophotometry.

The sensitivity of the method is 0.001 mg/kg of 1, 2, 5, 6-dibenzanthracene and 0.005 mg/kg of 3,4-benzpyrene, respectively. The still detectable amounts of the residual eight polyaromatic compounds range between the above given limits. Observed recoveries ranged from 50 to 80 per cent, depending on the content of polyaromatic hydrocarbons in the sample.

## LE DOSAGE DES HYDROCARBURES POLYAROMATIQUES DANS DES PRODUITS PETROLIERS ET DES DENRÉES

*K. Soós*

L'auteur décrit une méthode qui permet de doser 10 hydrocarbures polycycliques aromatiques dans des denrées à teneur faible en graisse et dans des produits pétroliers. Le procédé se base sur une extraction au benzol, sur une partition entre l'iso-octane et le diméthyl-sulfoxyde, une purification sur une colonne à florasil, une séparation sur une couche mixte d'adsorbant (oxyde d'aluminium + gel de silice + cellulose acétylée) ainsi que sur un dosage à spectrophotométrie ultraviolette.

La sensibilité de la méthode est 0,001 mg/kg 1,2,5,6-dibenzanthracène ou 0,005 mg/kg 3,4-benzpyrène. La quantité minimum décelable des autres huit composés polyaromatiques varie entre ces deux valeurs. La récupération équivaut 50 à 80 p.c., selon la teneur en hydrocarbures polyaromatiques de l'échantillon.