

Budapest, 2017.04.26.

A műanyag csomagolóanyagok nem szándékosan hozzáadott összetevőinek kioldódásvizsgálata

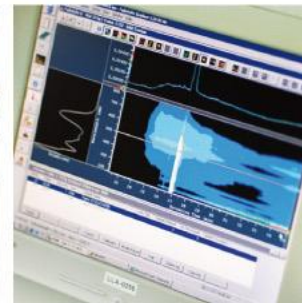
Kosdi Bence
WESSLING Hungary Kft.

ANALYSIS

CONSULTANCY

PLANNING

SINCE 1983



Amiről szó lesz...

- A vizsgálat áttekintése
- Analitikai módszer
- Eredmények értékelése

NIAS: non-intentionally added substance

3. cikk (10/2011/EU)

Fogalommeghatározás

9. „nem szándékosan hozzáadott anyag”: a felhasznált anyagban lévő szennyeződés vagy az előállítási folyamat során keletkező köztitermék, illetve a bomlás- vagy reakciótermék;

Főbb példák (ILSI NIAS Guide):

- Bomlástermékek
- Alapanyagok szennyezői
- Feldolgozási és környezeti szennyezők
- Intermedierek
- Reakció melléktermékek
- Oligomerek ?

3. cikk (1935/04/EK)

Általános követelmények

1. Az anyagokat és tárgyakat, ideértve az aktív és intelligens anyagokat és tárgyakat is, a helyes gyártási gyakorlattal összhangban olyan módon kell gyártani, hogy azok szokásos vagy előrelátható felhasználási körülmények között alkotórészeiket ne adhassák át az élelmiszereknek olyan mennyiségben, amely:

(a) veszélyeztetheti az emberi egészséget;

(b) elfogadhatatlan változást idézhet elő az élelmiszer összetételében;

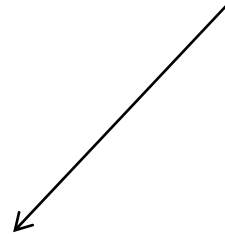
(c) az élelmiszer érzékszervi tulajdonságainak rosszabbodását idézheti elő.



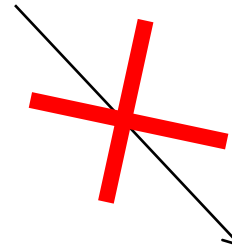
Érzékszervi vizsgálatok!

A GC/MS screening egy vizsgálati terv részeként használható.

Mi a célja ennek a vizsgálatnak?



Kockázatelemzés
az EK1935/2004 3.
cikke szerint



Specifikus migráció
helyettesítése

Nem használhatjuk a specifikus migrációs vizsgálatok helyett!!!

Okai:

- A kapott eredmények szemi-kvantitatívak
- Sok komponens van, amelyek nem detektálhatóak GC technikával

Mi a megfelelő analitikai módszer?

Nincs általános metodika...de:

- Guideline: ILSI, Danon...
- JRC cikkek folyamatban...
- Egyéb?

Vizsgálat

Komponensek keresése



Extrakciós lépés



Detektálás

Azonosítás

Mit is találtunk?



Spektrum könyvtárak:
NIST
WILEY
...

Kvantifikálás

Mennyit találtunk?



- Belső standard
- Kalibrációs egyenes

Értékelés

Felléphet-e bármilyen veszély?



- Nincs megjegyzés
- Van...
- Kockázat becslés

A vizsgálati technikák kiválasztása

Ideális esetben annyi vegyületet kell lefednünk a vizsgálattal, amennyi csak lehetséges.

- Illékony komponensek → HS-GC-MS és FID
- Közepesen-illékony → GC-MS és FID
- Nem illékony → LC-MS/MS
(in-house adatbázissal)

Közepesen illékony komponensek vizsgálata

A worst-case scenario szerint állapítjuk meg a minták előkészítésének feltételeit:

- Modelloldat(ok)
- Érintkezési idő
- Hőmérséklet

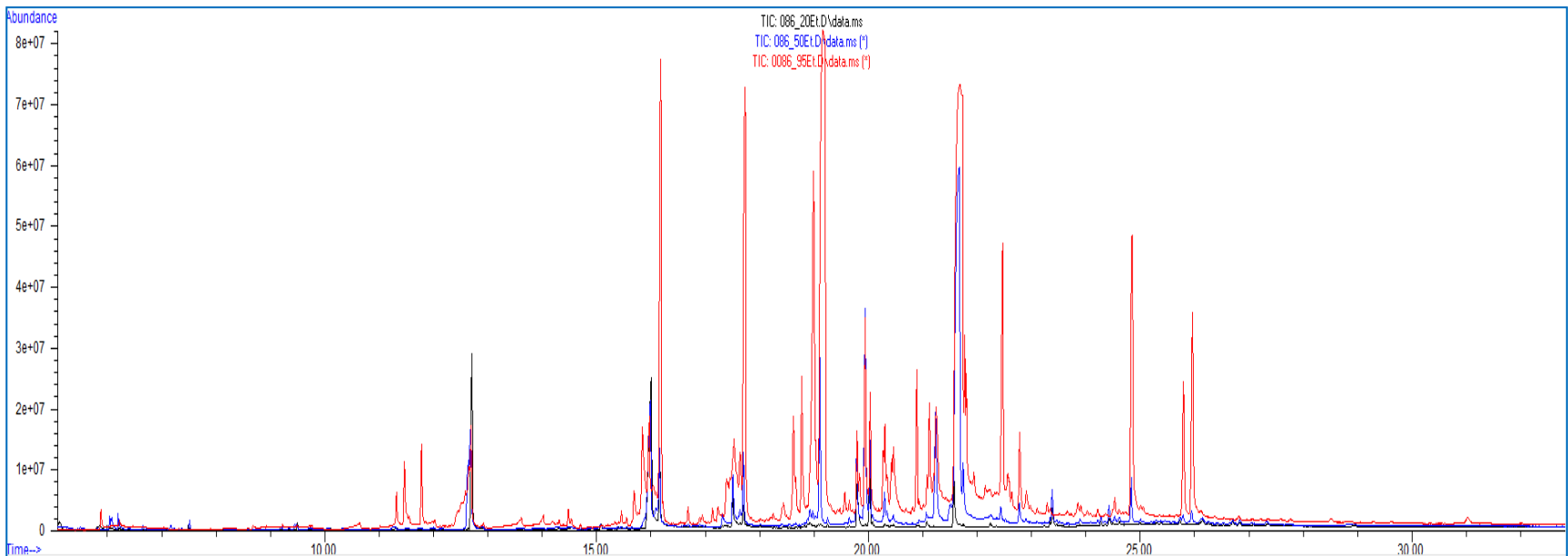
Ezek jelentős hatással vannak a kapott eredményre, így fontos tudnunk a vizsgált termékről, hogy mire fogják használni.

Erről a 10/2010/EU III. melléklete rendelkezik, pl. savas karakterű élelmiszerek, szeszes italok, száraz élelmiszerek esetében...

Másik elképzelés szerint először egy tiszta oldószeres áztatással kezdjük a vizsgálatot, és utána jön csak a modellanyag (Giflex project).

Az előkészítés körülményeinek hatása

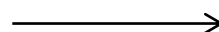
Kupak minta GC-MS screen vizsgálata: 20 % (V/V) EtOH
50 % (V/V) EtOH
95 % (V/V) EtOH



Az eredmények számszerű megadása

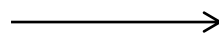
Általános megközelítés: belső standard

Minden vegyület a B.S. segítségével van kvantifikálva

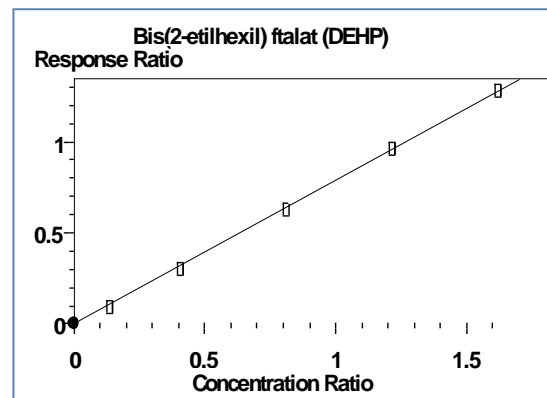
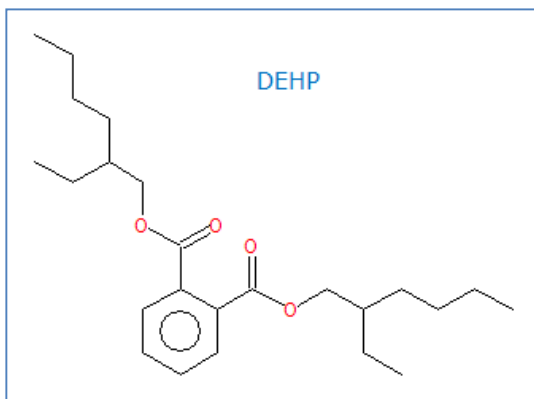


Szemi-kvantitatív módszer

Amennyiben rendelkezésre áll az adott komponens, lehetséges kalibrációs egyenes felvétele



Kvantitatív módszer

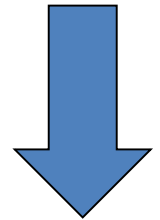
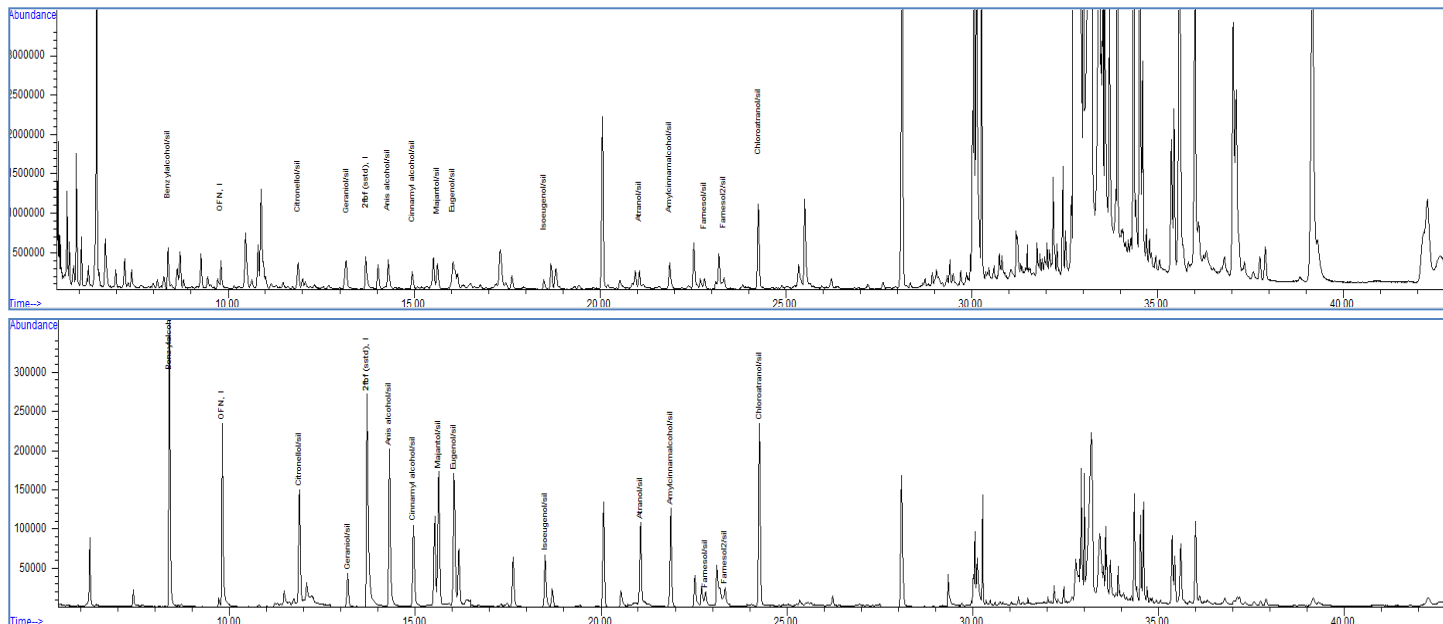


További lehetőségek: több belső standard alkalmazása

A módszer fejlesztése

Gyorsabb MS-ek: Scan és SIM (Selecting Ion Monitoring) felvételek egyidejű készítése

- Scan felvétel → Azonosítás
- SIM felvétel + kalibráció → Nagyobb érzékenység + kvantitatív



Konklúzió:

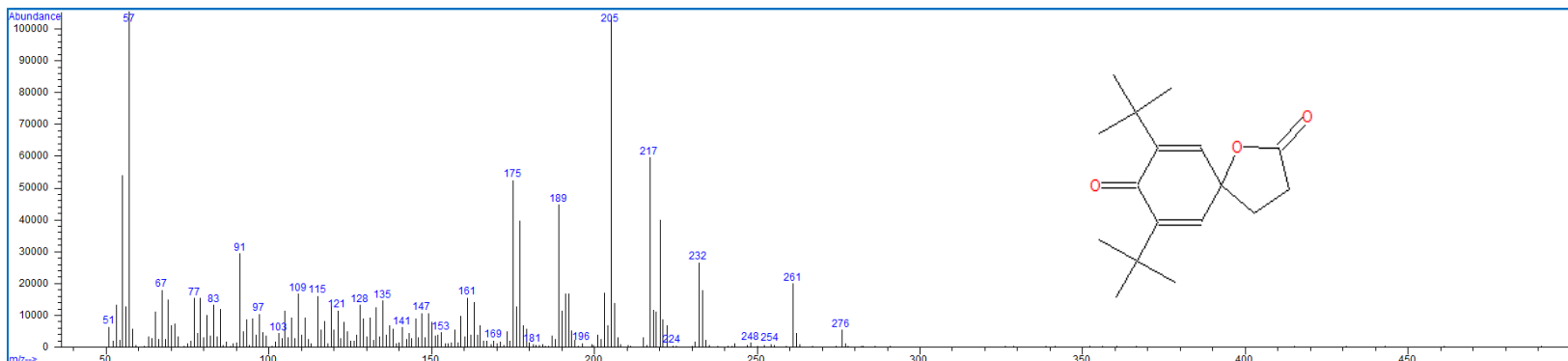
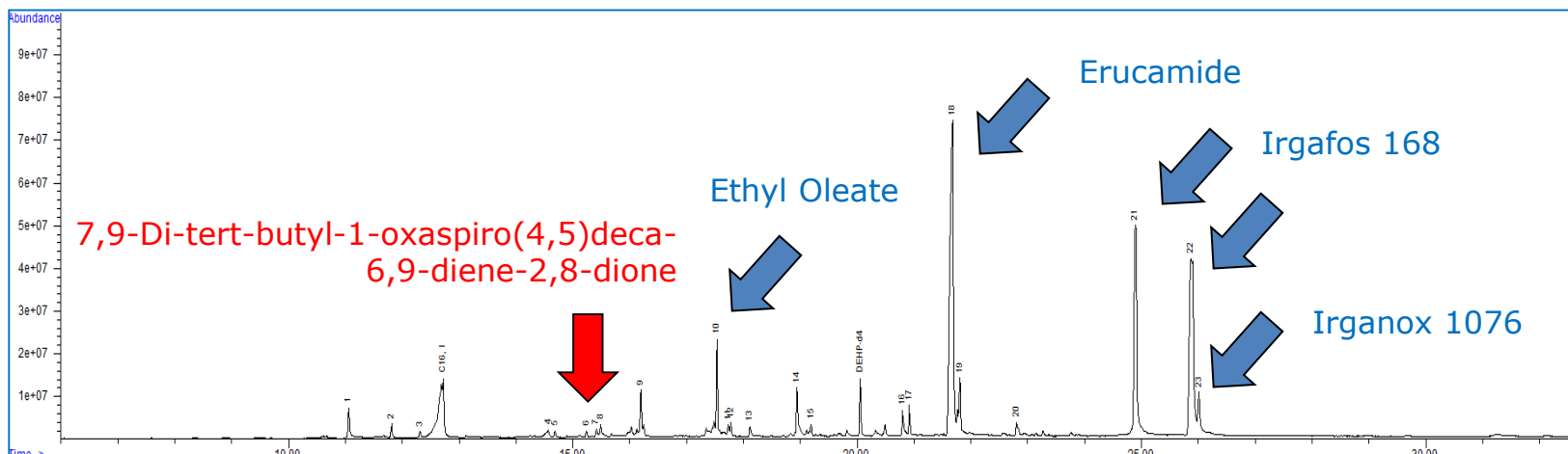
Az 1935/04/EK 3. cikke szerint meg kell felelni a következőknek:

- Összetételi követelmények
- Teljes kioldódási limitek
- Specifikus migrációs limitek
- Érzékszervi vizsgálatok
- **Nem szándékosan hozzáadott anyagok**

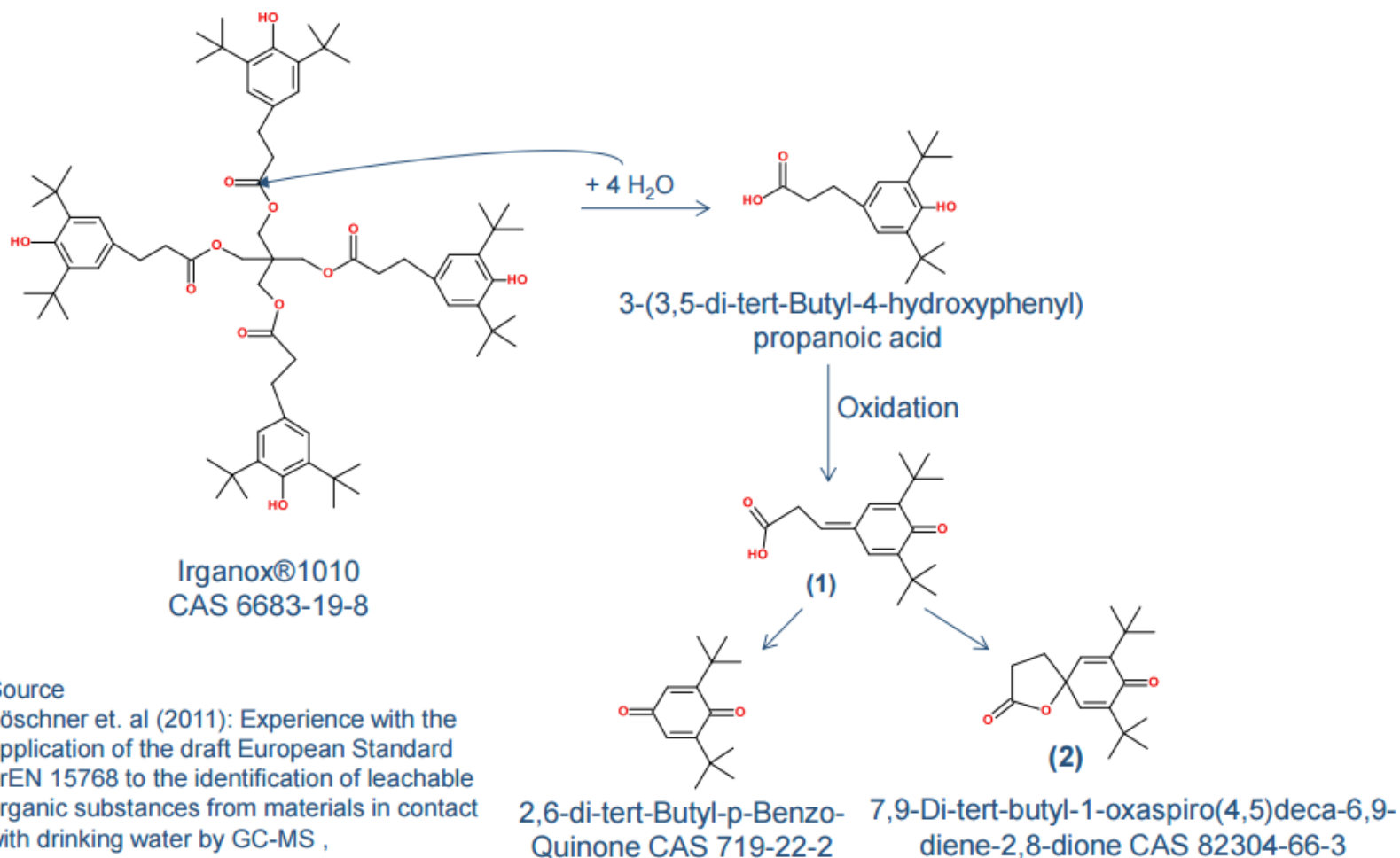
→ Listázott komponensek

→ A listában nem szereplő vegyületek

Műanyag csomagolás screening vizsgálata:



Irganox 1010 bomlása:



Source

Löschner et. al (2011): Experience with the application of the draft European Standard prEN 15768 to the identification of leachable organic substances from materials in contact with drinking water by GC-MS , Anal. Methods, 2011 (3), 2547

$$\text{Kockázat} = \text{Veszély} \times \text{Expozíció}$$

FCM esetében:

- A kioldódó komponensek kémiai jellemzői és toxicitása
- Az élelmiszerbe beoldódó komponensek koncentrációja
- A napi élelmiszer bevitel és az ebből beoldódó releváns komponens mennyiség

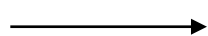


A kockázatbecslés sok esetben költséges és időigényes folyamat, főleg a toxicitási adatok megszerzése.

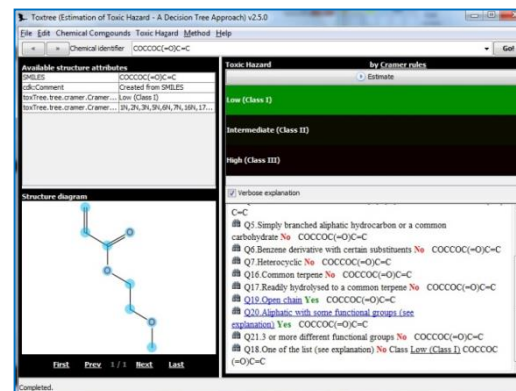
TTC (Threshold of Toxicological Concern, JRC):

Egy olyan megközelítés, ami akkor alkalmazható, ha nem állnak rendelkezésre toxicitási adatok, de ehhez ismerni kell a kémiai szerkezetet és az expozíciót.

Kémiai szerkezetből
következtet a toxicitásra



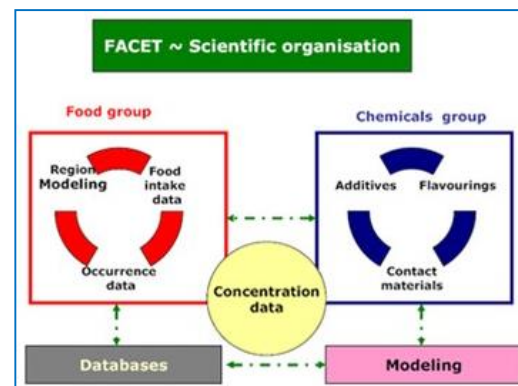
Cramer osztályzás (fa)



Expozíció modellezése,
adatbázisok



FACET, MATRIX, stb.



A bemutatottakból látható, hogy a csomagolóanyagoknak számtalan követelményeknek kell megfelelniük, és ennek vizsgálata összetett feladat.

Amihez egy **screening** vizsgálat használható:

- A nem szándékosan hozzáadott vegyületek detektálása, azonosítása
- A kioldódó komponensek koncentrációjának meghatározása
- Segítség a kockázatbecslések elkészítéséhez

Köszönöm a figyelmet!

THINK LIKE
A PROTON.

ALWAYS
POSITIVE.

