

PVC-strækfilm til frugt og grønt
- afsmitning af plastblødgøreren DEHA

(PVC cling film for the packaging of fresh fruit and vegetables
- migration of the plasticiser DEHA)

Addendum til projekt nr. 95418-01:

Kontrol af specifik migration af di-(2-ethylhexyl)adipat (DEHA) fra blødgjort PVC-film

Udført af

Karen Halling
Odense Landsdelslaboratorium

i samarbejde med:

Jens Højslev Petersen

SAMMENFATNING /ENGLISH SUMMARY	3
1. INDLEDNING	4
2. MATERIALER	4
2.1 Prøver	
2.1.1 PVC-film.....	4
2.1.2 Frugt og grønt.....	4
2.2 Apparat	5
2.3 Kemikalier.....	6
3. METODER	7
3.1 Ekstraktion af DEHA fra plastfilm med isooktan.....	7
3.2 Beilsteins test af PVC-film.....	7
3.3 Ekstraktion af DEHA fra frugt og grønt med n-pentan.....	7
3.4 GC-MS analyse af frugt og grønt.....	8
4. KVALITETSIKRING	8
4.1 Plastfilm.....	8
4.2 Frugt og grønt.....	8
5. RESULTATER OG DISKUSSION	9
5.1 Analyseresultater for specifik migration af DEHA fra PVC-film.....	9
5.2 Analyseresultater for DEHA i frugt og grønt.....	9
6. KONKLUSION	11
7. LITTERATUR OG REFERENCER	11
BILAG	
1. Prøvebeskrivelse; Film.....	12
2. Prøvebeskrivelse; Frugt og grønt.....	13
4. DEHA-migration fra plastfilm til isooktan.....	14
5. GC-MS analyseparametre.....	15

Det analytiske arbejde er udført af Kurt Gleie, John Iversen og Gudrun Holm.

SAMMENFATNING

I denne undersøgelse bestemmes afsmittningen af blødgøreren DEHA fra udvalgte PVC-film til et mindre antal prøver af frugt og grønt i bakker beregnet til salg i detailbutikker. Ialt 14 prøver frugt og grønt pakket i bakker omviklet med film blev udtaget og analyseret for indhold af DEHA. 12 af prøverne var omviklet med PVC-film, og der blev konstateret indhold af DEHA i alle disse prøver. Indholdet varierede fra 0,1 mg/kg fødevarer (julesalat) til 6 mg/kg fødevarer (peberfrugt), hvilket kan sammenholdes med migrationsgrænsen på 18 mg DEHA/kg fødevarer. Der var således ikke tale om overskridelser af grænseværdien, men dog om en systematisk og målelig migration.

Ialt 5 film, som anvendes til dækfilm i disse pakninger, er udtaget på frugt og grønt-pakkerier og undersøgt for migration til isooktan (2 timer, 40 °C). Måling af migrationen til isooktan under de nævnte testbetingelser er en hurtig metode til vurdering af migrationens størrelse til fedtholdige levnedsmidler. To af filmene afgav ikke DEHA, mens de 3 øvrige film havde en migration på mellem 16 og 40 mg/dm². En del af frugt og grøntprøverne blev udtaget i detailbutikker, og når filmen ikke umiddelbart kunne identificeres blev Beilsteins test for halogen anvendt til at sandsynliggøre at der var tale om en PVC-film.

Gældende regler på området foreskriver, at man kan undlade at teste emballage beregnet til kontakt med frugt og grøntsager med de 4 officielle levnedsmiddelsimulatorer, hvis emballagen udelukkende skal anvendes til disse fødevarer. Dette medfører at migrationstesten må udføres til selve fødevareren, hvilket analytisk kan være noget mere omstændeligt. Det forventes imidlertid at de fælles EU-regler på området (direktiv 85/572/EØF, "simulatordirektivet"), skal revideres indenfor en overskuelig årrække. Undersøgelsen er gennemført for at belyse om der er behov for, at testbetingelserne ved denne lejlighed evt. skal forsøges revideret, således at migration fra emballagen til frugt og grønt kan udføres via relevant levnedsmiddelsimulator.

ENGLISH SUMMARY

In this investigation the specific migration of DEHA into fresh fruit and vegetables was determined. The foods were all packed in retail packagings containing a small number of food items, all placed on trays and wrapped with a stretch film. Fruits and vegetables from a total of 14 packagings were analysed. Plasticised PVC film were used as the stretch film in 12 of the packagings. DEHA were shown to be present in all 12 food samples in concentrations ranging from 0.1 mg/kg in chicory to 6 mg/kg in green pepper. The figures should be compared to the specific migration limit of DEHA of 18 mg/kg. No violation of this limit was found.

Five different types of film were sampled in the packing departments for fruit and vegetables at the wholesale businesses. The films were tested for specific migration of DEHA by total immersion, using the alternative food simulant isooctane, for two hours at 40°C. Two films did not contain any DEHA while three films had a specific migration from 16 to 40 mg/dm². Some of the food samples were taken in retail shops. Here, Beilsteins test was used as a simple and valuable tool for distinguishing between films made from PVC and from most other polymers not containing halogens like chlorine.

According to the current legislation in this area packaging materials, exclusively sold for use in contact with fruit and vegetables, need not to be tested with any of the official four food simulants. This implies, that the migration test has to be performed using the foodstuff itself, an analysis which in most instances will be much more expensive and complicated to perform. However, it is foreseen that the relevant directive in the area (85/572/EEC) will be revised in a few years. This investigation was performed in order to provide information about the potential benefits from a revision of the regulation in such a way that the testing of packaging materials for fresh fruit and vegetables would be performed using relevant food simulant(s).

1. INDLEDNING

Denne undersøgelse omhandler måling af specifik migration af DEHA fra blødgjorte PVC-film til emballeret frugt og grønt. Undersøgelsen er en opfølgning på projekt vedr. kontrol af specifik migration af di-(2-ethylhexyl)adipat (DEHA) fra blødgjort PVC-film (Breindahl og Petersen, 1996).

Reglerne på området (Veterinær- og Fødevarerdirektoratet, 1998) foreskriver, at emballage beregnet til kontakt med levnedsmiddelgrupperne 04.01 "Hele frugter, friske eller kølede" samt 04.04 "Hele grøntsager, friske eller kølede" ikke skal testes med nogle af de 4 officielle levnedsmiddelsimulatorer. Heraf kan man udlede, at det anses for usandsynligt, at der sker en migration af betydning fra emballagerne til frisk frugt og grønt, og når migrationen testes, skal det ske til levnedsmidlet selv.

Frisk frugt og grøntsager sælges i betydelige mængder emballeret som 3-5 frugter i en bakke wrappet med en blødgjort PVC-film. Da film, som anvendes til dette formål, ikke skal testes for migration til fedtsimulator, anses det for sandsynligt, at der til wrapning af frugt og grønt bla. anvendes PVC-film med højt indhold af blødgøreren DEHA. I nærværende undersøgelse er migrationsgrænsen på 18 mg DEHA/kg levnedsmiddel kontrolleret på et udvalg af frugt og grønt prøver.

Odense Landsdelslaboratorium har lokaliseret nogle detailbutikker, som sælger frugt og grønt i bakker dækket med DEHA blødgjorte PVC-film. Via detailbutikkerne er leverandører, og dermed pakkeriet lokaliseret. Odense og Århus Landsdelslaboratorier har udtaget prøver af plastfilm samt frugt og grønt fra leverandørerne. Desuden har Landsdelslaboratoriet udtaget prøver af frugt og grønt i detailledet, fra førnævnte leverandører.

Plastfilmene blev undersøgt for afgivelse af DEHA ved eksponering til isooktan, idet der tidligere er vist god overensstemmelse mellem resultaterne af denne test og den officielle migrationstest, hvor olivenolie anvendes som simulator (Breindahl og Petersen, 1996). Desuden blev der, hvis der var tvivl om at filmene var fremstillet af PVC, udført en hurtig test for indhold af halogen i plast, Beilsteins test, på enkelte af

filmene .

Frugt- og grøntprøverne blev undersøgt for indhold af DEHA. Fødevarerne blev homogeniseret, tilsat isotopmærket intern standard og ekstraheret med n-pentan. Indholdet af DEHA i ekstraktet blev bestemt ved GC-MS.

2. MATERIALER

2.1 Prøver.

2.1.1 Plastfilm.

Odense Landsdelslaboratorium har via detailbutikker lokaliseret leverandører af bakket frugt og grønt til detailbutikker.

Århus Landsdelslaboratorium og Odense Landsdelslaboratorium har udtaget i alt 5 forskellige film ved en gros leverandører af frugt og grønt. Tilsyneladende var der ved emballering af de analyserede frugt og grøntprøver udelukkende anvendt 2 af disse film.

Prøvebeskrivelse fremgår af bilag 1.

Kun for 2 af de undersøgte plastfilm var der oplyst om lovligt anvendelsesområde.

2.1.2 Frugt og grønt.

Emballerede prøver af frugt og grønt er udtaget af hhv. Århus Landsdelslaboratorium og Odense Landsdelslaboratorium.

Der er udtaget i alt 14 prøver fordelt på 8 forskellige varearter.

Prøvebeskrivelse fremgår af bilag 2. I prøvebeskrivelsen indgår frugt-/grønttype, type af udtagningssted, pakkedato, emballeringstid med film, evt. holdbarhedsmærkning og evt. hvilken filmtypen der er anvendt.

2.2 Apparat.

2.2.1 Migrations-/ekstraktionsglas med rustfri stålholdere til fastgørelse af PVC-film.

Låg udført i teflon.

Specialfremstillede (Mikrolab, Århus).

2.2.2 Termoskab.

Heraeus ($40^{\circ}\text{C} \pm 0,5^{\circ}\text{C}$).

2.2.3 Homogenisering: Braun køkkenblender (1/2 liter).

2.2.4 200 ml centrifugeglas.

2.2.5 Ekstraktion: Ultra-Turrax homogenisator.

2.2.6 GCMS-udstyr.

HP 5890 II med HP 7673 A Autosampler og 5972 massespektrometrisk detektor.
Kolonne: HP-5, 30 m, indre diameter 0,25 mm, filmtykkelse 0,25 µm.

HP Chemstation anvendes til databehandling og rapportering.
Standardkurver: Linær regression gennem (0,0).

GC parametre: Se bilag 5

2.2.7 Koppertråd.

2.2.8 Bunsenbrænder.

2.2.9 Kuderna-Danish udstyr.

2.3 Kemikalier.

2.3.1 Di-(2-ethylhexyl)adipat (=DEHA).
Merck-Schuchardt Art. 801453.

2.3.2 [2,2,5,5-²H₄]hexandisyre di(2-ethylhexyl) ester (=D₄-DEHA).
Syntetiseret ved Food Science Laboratories, Norwich (se Breindahl og Petersen, 1996).

2.3.4 Isooktan, Mallinckrodt Art. 6051.

2.3.5 n-pentan.
Rathburn, HPLC-grade.

2.3.8 GC-MS standarder i isooktan:

Ved beregning af indhold i frugt og grønt-prøver anvendes:

Standard 1: 250 ng/ml D₄-DEHA, 25 ng/ml DEHA (D₄-DEHA / DEHA = 10:1)

Standard 2: 250 ng/ml D₄-DEHA, 50 ng/ml DEHA (D₄-DEHA / DEHA = 5:1)

Standard 3: 250 ng/ml D₄-DEHA, 100 ng/ml DEHA (D₄-DEHA / DEHA = 2,5:1)

Standard 4: 250 ng/ml D₄-DEHA, 200 ng/ml DEHA (D₄-DEHA / DEHA = 2,5:2)

Standard 5: 250 ng/ml D₄-DEHA, 500 ng/ml DEHA (D₄-DEHA / DEHA = 1:2).

Ved fund af høje koncentrationer af DEHA benyttes supplerende standarder eller fortynding af prøven.

Ved beregning af migration fra plastfilm til isooktan anvendes standardrække som tidligere beskrevet (Breindahl og Petersen, 1996). Standarderne indeholdt således også kendte koncentrationer af dibutylphthalat (DBP), butylbenzylphthalat (BBP) og di-(2-ethylhexyl)phthalat (DEHP).

Holdbarhed af standarder: ca. 3-4 uger.

3. METODER

3.1 Migration af DEHA fra plastfilm til isooktan.

Fremgangsmåde:

Anbring PVC-filmen på en glasplade. Udskær efter glasskabelon 1 dm² (10 cm x 10 cm) med skalpel. Den anvendte film vejes. Del i 4 omtrent lige store stykker og fastgør i holder til ekstraktionsglas. Dette er i forvejen rengjort ved mindst 2 skylninger i skiftevis isooktan og methanol. Fyld glasset op med 100,00 ml isooktan og anbring det i vandbad (40°C) i 2 timer. Tag herefter filmene op og afdryp i kolbehalsen.

Udtag 200 µl af ekstraktet og overfør til 10 ml målekolbe. Tilsæt 5 µg isotopmærket standard (D₄-DEHA) og fyld op til mærket med isooktan. Analyser ekstraktet ved GC-MS.

Slutekstraktet indeholder 0,02 ml levnedsmiddelsimulator/ml og 0,5 µg/ml intern standard. Ved kvantificeringen anvendes forholdet mellem topareal for m/z 129 (DEHA) og for m/z 133 (D₄-DEHA) i såvel prøve som standard.

Beregning af analyseresultat:

$$\text{migration (mg/dm}^2\text{)} = \text{konc.slutekstrakt (ng/ml)} \cdot 10^{-6} \text{ (mg/ng)} \cdot (100 \text{ ml}/0,02 \text{ ml}) \cdot (1/\text{dm}^2).$$

3.2 Beilsteins test.

Med metoden udføres en kvalitativ påvisning af halogener. Den bruges som en simpel uspecifik test for, om plastfilmen kan være fremstillet af PVC.

En kobbertråd med et lille øje udglødes i flammen fra en bunsenbrænder til flammen bliver farveløs. Efter afkøling anbringes ca 1 mg plastmateriale i kobbertrådens øje, og tråden varmes igen i flammen. Hvis plastmaterialet indeholder chlor, brom eller iod får flammen en karakteristisk grøn farve. Fluor kan give samme reaktion.

Hvis prøven ikke giver grøn flammefarve er det sikkert at plastmaterialet ikke kan være PVC.

3.3 Ekstraktion af DEHA fra frugt og grønt.

Fremgangsmåde:

Prøvemateriale homogeniseres i blender. Afvej 25 g homogeniseret prøve i et 200 ml centrifugeglas. Tilsæt 5 µg isotopmærket standard (D₄-DEHA) fra en stamopløsning i isooktan og omryst. Ekstraher med 100,0 ml n-pentan i en Ultra-Turrax homogenisator i 2,5 minutter. Overfør 25,0 ml ekstrakt til 50 ml rør og inddamp forsigtigt til tørhed i et Kuderna-Danish-apparat ved ca. 85°C. Genopløs i 5,00 ml isooktan og opbevar på køl til analyse.

3.4 GC-MS analyse af frugt og grønt.

Ekstraktet analyseres ved GC-MS. Instrumentparametre fremgår af bilag 4.

Indholdet af DEHA i prøven beregnes ved:

$$\text{Indhold (mg/kg)} = \frac{\text{konc. Ekstrakt (ng/ml)} \cdot 5 \text{ ml} \cdot 100 \text{ ml}}{\text{Prøvemængde (g)} \cdot 25 \text{ ml} \cdot 1000}$$

4. KVALITETSIKRING

4.1 Plastfilm.

Der er udført tilsætningsforsøg som dobbeltbestemmelse på niveau 10 mg/100 ml isooktan (svarende til en migration på 10 mg DEHA/dm² plast), ligesom der er udført bestemmelse af reagensblind på 100 ml isooktan.

Resultaterne for tilsætningsforsøg og blindværdibestemmelser fremgår af bilag 3. Som det ses er den gennemsnitlige genfinding 100 % og variationskoefficienten, CV, for tilsætningsforsøget er 2 %. Dette anses for tilfredsstillende. Der blev ikke konstateret blindværdier i reagensblind.

4.2 Frugt og grønt.

Alle de 14 prøver er analyseret i én analyseserie og på 2 af prøverne, tilsætningsforsøg samt reagensblind blev der udført dobbeltbestemmelser. Der blev analyseret yderligere 2 serier indeholdende dobbeltbestemmelser på 2 prøver æble med tilhørende tilsætningsforsøg og blindværdibestemmelser. Enkeltresultaterne for de 12 prøver emballeret i DEHA-holdig PVC fremgår af tabel 1.

Reagensblindindholdet varierer fra 0,003 mg/kg til 0,02 mg DEHA/kg. Alle resultater er

korrigeret for reagensblindindholdet.

Variationskoefficienten for dobbeltbestemmelserne er fra 45 til 53 %. Det er høje variationskoefficienter, men der er heller ingen grund til at formode, at DEHA findes i specielt ensartede koncentrationer i forskellige prøver bla. fordi graden af intim kontakt mellem fødevarer og film er afgørende for i hvilket omfang migration finder sted. Kontaktarealet mellem film og fødevarer er ikke registreret.

Der er udført tilsætningsforsøg, som dobbeltbestemmelse til squash, på niveau 0,12 mg DEHA/kg. Den beregnede gennemsnitlige genfindelse efter korrektion for blindværdi var 100 %.

Efterfølgende er der udført tilsætningsforsøg med DEHA til prøve LL0397-18067 (Cox Orange med middelindhold 4,2 mg/kg, tilsætningsniveau 1,0 mg/kg) og LL0397-18068 (Belle de Boskoop med middelindhold 4,8 mg/kg, tilsætningsniveau 0,1 mg/kg). Det var ikke muligt at beregne genfindelsen af DEHA i de to tilsætningsforsøg p.g.a. delprøvernes store variation i "naturligt/migreret" indhold af DEHA. Til prøverne er der dog samtidig tilsat de øvrige phthalat-blødgørere i samme koncentration som DEHA. På niveau 0,1 mg/kg lå genfindelsen for disse på 83 % for DBP, 87 % for BBP og 77% for DEHP . På niveau 1,0 mg/kg lå genfindelsen for disse ligger på 90 % for DBP, 89 % for BBP og 84 % for DEHP. Genfindelsesforsøgene bekræfter at metoden fungerer tilfredsstillende, da disse blødgørere rent kemisk ligner og opfører sig næsten som DEHA.

Endvidere er der udført en serie tilsætningsforsøg til vand på niveau 0,06 mg DEHA/kg med genfindelser meget nær 100%. I et tidligere projekt ved dette laboratorium er der fundet en påvisningsgrænse for DEHA på ned til 0,02 mg/kg (Breindahl og Petersen, 1996). Tilsætningsforsøgene er således udført på et niveau 3-6 gange højere.

5. RESULTATER OG DISKUSSION

5.1 Resultater for plastfilm.

Som det fremgår af bilag 3, blev der fundet migration af DEHA fra 3 af de 5 analyserede film udtaget hos frugt og grøntgrossister. Migrationen varierede fra 15,8 mg DEHA/dm² til 39,8 mg DEHA/dm². Film fra 2 frugtpakninger udtaget i detailbutikker blev testet positiv ved Bielsteins test, og blev derfor antaget at være af samme type som prøve LL0397-18056.

Sammenholdt med resultater fra tidligere undersøgelser (Breindahl og Petersen, 1996) er de fundne værdier på niveau med den forventede specifikke migration af DEHA til isooktan fra denne type film.

5.2 Resultater for frugt og grønt.

Som det fremgår af tabel 1, sker der en vis migration af DEHA fra blødgjort PVC-film til alle typer frugt og grønt.

Tabel 1: Indhold af DEHA i frugt og grønt emballeret i DEHA-holdig PVC-film (DEHA in fruits and vegetables packed in plasticised PVC-film)

		Indhold af DEHA i frugt og grønt (DEHA in the sample) [mg/kg]							
Prøvetype (Sample type **)	Prøvenr. LL0397-	Serie 1 (assay 1)		Serie 2 (assay 2)		Serie 3 (assay 3)		Gennemsnit (mean value)	% RSD (*)
		A	B	A	B	A	B		
Squash	18057	0,1						0,1	
Tomat	18058	1,1						1,1	
Æble, Belle de Boskoop	18059	1,0						1,0	
Peberfrugt	18060	1,5						1,5	
Tomat	18061	1,1	0,5					0,8	53
Citron	18062	1,1						1,1	
Peberfrugt	18063	6,0						6,0	
Tranebær	18064	0,1						0,1	
Julesalat	18065	0,1						0,1	
Rosiner	18066	4,6						4,6	
Æble, Cox Orange	18067	7,0		3,6	1,7	4,5	4,1	4,2	45
Æble, Belle de Boskoop	18068	2,4	2,5	4,5	5,6	5,5	8,1	4,8	45

*) % RSD = relativ standardafvigelse=(spredningen x 100)/middelværdien (std*100/mean)

**) Squash= squash; Tomat= tomato; Æble= apple; peberfrugt= green pepper; Citron= lemon; Tranebær= cranberry; Julesalat= chicory; Rosiner= Raisin.

Kun prøver indpakket i PVC-film er medtaget

Resultaterne for prøver, der har været emballeret i film indeholdende DEHA, varierer fra 0,1 (julesalat) til 6 mg/kg (peberfrugt). Det er velkendt at DEHA især har en tendens til at migrere fra PVC-filmen over i fedtholdige fødevarer, og det kan derfor umiddelbart undre at der sker en migration til fedtfattige produkter som frugt og grønt. Generelt er fedtindholdet i frugt og grønt er lavt: fra 0,2 % i julesalat til 1,6 % i rosiner (Møller og Saxholt, 1996). Migrationen af DEHA vil derfor primært ske, såfremt der er et naturligt eller påført vokslag på overfladen af den pågældende frugt eller grønsag. Man kan således formode at langt den største mængde DEHA findes i skrællen.

Dette kan også forklare den ret store variation ved gentagen analyse af f. eks. homogeniserede æbler. Til findelingen er anvendt en almindelig køkkenblender, som ikke i tilstrækkelig grad findeler skrællen. Analyseresultatet for den enkelte delprøve kommer herved til at afhænge meget af hvor mange stykker "eksponeret" skræl, der er i prøven.

Det har ikke i projektet været muligt at fremskaffe emballerede æbler med en tydelig

kunstigt vokset overflade. Et overskud af voks kunne tænkes at migrere ud i filmen og derved medvirke til en yderligere mobilisering af filmens indhold af blødgørere.

Det skal nævnes at en del frugt og grønt pakkes i film fremstillet af andre polymerer end PVC. To af sådanne frugt og grønt prøver er analyseret i dette projekt; i den ene prøve udtaget i en detailbutik, kunne der konstateres indhold af DEHA lige over metodens påvisningsgrænse. Tilstedeværelsen af DEHA i denne prøve kunne ikke umiddelbart forklares.

6. KONKLUSION

Det er konstateret, at der som forventet anvendes PVC-film blødgjort med DEHA til emballering af frugt og grønsager.

Der migrerede målbare mængder af DEHA fra plastfilm til alle prøver frugt og grønt som var emballeret i blødgjorte PVC film. De fundne indhold er dog væsentligt under migrationsgrænsen på 18 mg DEHA/kg levnedsmiddel.

7. REFERENCER

Breindahl, Torben og Petersen, Jens H., 1996, Specifik migration af di-(2-ethylhexyl)adipat fra blødgjorte PVC-film. Metodeindkøring og kontrolkampagne. Rapport IL 1996.12, Levnedsmiddelstyrelsen.

Møller, Anders og Saxholt, Erling., 1996, Levnedsmiddeltabeller, 4. reviderede udgave Levnedsmiddelstyrelsen, Gyldendals forlag, København.

Veterinær-og Fødevaredirektoratet, 1998: Cirkulære om kontrol med materialer og genstande bestemt til at komme i berøring med levnedsmidler.

Bilag 1

Prøvebeskrivelse: plastfilm.

Prøve nr. LL0397	prøveudtagende LKE	Udtagelsessted
18052	Odense	en gros frugt og grøntpakkeri, Odense
18053	Odense	en gros frugt og grøntpakkeri, Odense
18054	Odense	en gros frugt og grøntpakkeri, Odense
18055	Odense	en gros frugt og grøntpakkeri, Odense
18056	Århus	en gros frugt og grøntpakkeri, Århus
18067*	Odense	detailbutik, Odense
18068*	Odense	detailbutik, Odense
18069**	Odense	detailbutik, Odense
18070**	Odense	detailbutik, Odense

*) PVC-film omviklet frugt og grønt. Se bilag 2.

**) Film fremstillet af andet materiale end DEHA-holdig PVC

Bilag 2: Prøvebeskrivelse: frugt og grønt.

Prøvenr: LL0397-	Handelsnavn / beskrivelse	Antal i bakken	LKE	Udtaget i (handelsled)	Oprindelsesland (for frugt/grønt)	Emballeringsperiode	Filmens prøvenr.) LL0397-	Resultat af Beilsteins test
18057	Squash	2 - 3	Århus	En gros	Holland	min. 336 timer	18056	i.u.
18058	Tomater	5	Århus	En gros	Canariske Øer	min. 336 timer	18056	i.u.
18059	Madæbler, Belle de Boskoop	5	Århus	En gros	Danmark	min. 336 timer	18056	i.u.
18060	Peber (grøn, gul og rød)	3	Odense	En gros	Spanien	24 timer	18052	i.u.
18061	Tomater (bøf-)	7	Odense	En gros	Canariske Øer	24 timer	18052	i.u.
18062	Citroner	3	Odense	Detail	Cypern	48 timer	(18052)*	i.u.
18063	Peber (grøn, gul og rød)	3	Odense	Detail	Spanien	48 timer	(18056)*	i.u.
18064	Tranebær	> 50	Odense	Detail	USA	24 timer	(18056)*	i.u.
18065	Julesalat	2	Odense	Detail	Holland	48 timer	(18056)*	i.u.
18066	Rosiner	> 50	Odense	Detail	Chile	ikke oplyst	(18056)*	i.u.
18067	Æbler, Cox orange	5	Odense	Detail	Ikke Oplyst	> 19 døgn		positiv
18068	Madæbler, Belle de Boskoop	6	Odense	Detail	Danmark	> 30 døgn	(18056)*	positiv

* Det antages, at prøven er omviklet med samme film som udtaget ved en gros firmaet.

i.u: Beilsteins test ikke udført da DEHA- migration fra filmen allerede er konstateret

Det oplyses, at prøver kan være pakket før den påstemplede pakkedato. Pakkedatoen er den dato, hvor varen udbydes til salg i detailbutikken. Holdbarhed i detailbutikken er ca. 8 dage. Prøver er opbevaret ved stuetemperatur til analyse, bortset fra pr. nr. 18057, 18058 og 18059, der er opbevaret i kølerum ved 5°C indtil 24 timer før analyse. Herefter er prøverne opbevaret ved stuetemperatur.

Bilag 3: DEHA-migration fra plastfilm til isooktan (2 timer ved 40°C)
(Migration of DEHA from plastic film to isooctane (2 hours at 40°C))

Prøvenr. (sample no): LL0497-	Tilsat (spike added) [mg DEHA]	Migration af DEHA (Migration of DEHA) [mg /dm²]	Genfinding (Recovery) [%]
Blind 1		0,0	
18052		15,8	
18053		39,8	
18054		0,0	
18055		0,0	
18056		26,6	
Blind 2		0,0	
Genf. 1	10,0	10,1	100
Genf. 2	10,0	9,9	99

Bilag 4: GC-MS analyseparametre

Injektion: 1 µl splitløs (1 min.)
Kolonneflow: 0,9 ml/min, elektronisk trykregulering

MS-detektor-parametre

Ionisering: EI, 70 eV.
SIM program: Dwelltid 100 msek, lav opløsningsevne
Ionspor: D₄- DEHA m/z 133 (100), 151(18.5), 245 (5.9)
DEHA m/z 129 (100), 147 (20.6), 241 (5.2)
Relative intensiteter: +/- 20%.

Temperature Information

Zone Temperatures		
On	Setpoint	Actual
<input type="checkbox"/> Inj. A:	OFF C	0 C
<input checked="" type="checkbox"/> Inj. B:	240 C	0 C
<input type="checkbox"/> Det. A:	OFF C	0 C
<input checked="" type="checkbox"/> Det. B:	280 C	0 C
<input type="checkbox"/> Aux.:	OFF C	0 C

Oven Program		
	Setpoint	Actual
Init. Temp:	90 C	0 C
Init. Time:	1.00 min	
	Rate (C/min)	Final Temp. (C) Final Time (min)
Level 1	20.0	240 0.00
Level 2(A)	4.0	280 5.00
Level 3(B)	0.0	

Next Run Time: 23.50 min

Oven Parameters		
Oven Equib. Time:	1.00 min	
Oven Max:	300 C	
<input checked="" type="checkbox"/> Oven On		
<input type="checkbox"/> Cryo On	Ambient: 25 C	
<input type="checkbox"/> Cryo Blast On		

OK Cancel Help