

ZNANSTVENO MIŠLJENJE

Znanstveno mišljenje o migraciji epoksidiranog ulja soje (ESBO) s poklopca staklenki koje sadrže tapenadu od zelenih maslina iz Hrvatske

Radna grupa za donošenje znanstvenog mišljenja

(Zahtjev HAH – Z – 2012- 1)

Usvojeno 13. ožujka 2012.

ČLANOVI RADNE GRUPE

prof. dr. sc. Kata Galić, prof. dr. sc. Nada Vahčić, Nino Dimitrov, sveuč.spec.ekoing.dipl.ing,

KOORDINATOR IZ HAH-a

Andrea Gross-Bošković, dipl.ing.

SAŽETAK

Hrvatska agencija za hranu (HAH) zaprimila je 9. siječnja 2012. godine od Ministarstva poljoprivrede (KLASA: 053-01/12-01/13; URBROJ: 525-13-2-0705/12-1) zahtjev za donošenjem znanstvenog mišljenja o migraciji epoksidiranog ulja soje (ESBO) s poklopca staklenki koje sadrže tapenadu od zelenih maslina iz Hrvatske.

Slijedom zahtjeva formirana je radna grupa za donošenje znanstvenog mišljenja. Radna grupa je prilikom procjene i pregleda dostupnih dokumenta izradila traženo znanstveno mišljenje.

ESBO se koristi kao plastifikator (omekšalo) i stabilizator plastike kao što je poli(vinil-klorid), PVC. Konkretno, koristi se za brtvljenje metalnih poklopaca za staklenke, gdje se može naći u količini do 40% mase brtve. Prema tome, postoji mogućnost migracije u hranu tijekom procesiranja i čuvanja. ESBO se također koristi kao stabilizator omekšanih PVC prijanajućih filmova za omatanje hrane. Vrijednost dopuštenog dnevnog unosa (TDI, *Tolerable Daily Intake*) za ESBO utvrdila je Europska agencija za sigurnost hrane (EFSA, *European Food Safety Agency*). TDI za ESBO iznosi 1 mg/kg tjelesne mase (EFSA, 2004, 2006). Zakonodavstvo Europske unije (EU) i Republike Hrvatske navodi granicu specifične migracije (SML, *specific migration limit*) za ESBO od 60 mg po kg hrane za sve tipove hrane i 30 mg po kg za dječju hranu (EC 2002, 2005, 2007a, 2007b; Pravilnik 2009).

Procjenu migracije ESBO-a u hrani kao što su umaci, začini i proizvodi u ulju pakirani u staklenkama s metalnim poklopcem prevučeni PVC materijalom koji sadržava ESBO, objavila je Radna grupa za aditive u hrani, arome, procesna pomagala i materijale u dodiru sa hranom (AFC, *Panel on Food Additives, Flavourings, Processing Aids and Materials in Contact with Food*) Europske agencije za sigurnost hrane (EFSA, 2006).

Na osnovi prosječne koncentracije ESBO-a u upakiranoj hrani u staklenkama sa PVC prevučeni poklopcima, potencijalno visoki dnevni unos kod odraslih osoba procijenjen je da iznosi 0.25 mg/kg tjelesne mase/dan.

KLJUČNE RIJEČI

Epoksidirano ulje soje, ESBO, PVC, staklenke, tapenada od zelenih maslina

SUMMARY

Croatian Food Agency (HAH) received on January 9, 2012, request for a scientific opinion concerning the migration of epoxidised soybean oil (ESBO) from lids of jars containing green olive tapenade from Croatia, from the Ministry of Agriculture (CLASS: 053-01/12-01/13; Reg: 525-13-2-0705/12-1).

Following the application, a Working Group for drafting the scientific opinion was established. Based on the assessment of the relevant scientific documents and available data the working produced required scientific opinion.

ESBO is used as a plasticiser and stabiliser for plastics such as poly(vinyl chloride) PVC. It is used in particular in sealing gaskets of metal lids for glass jars, where it can be present at up to 40% of the weight of the gasket. There is thus a potential for migration into the food both during processing and storage. ESBO is also used as a stabiliser in plasticised PVC cling films for wrapping foods.

A tolerable daily intake (TDI) for ESBO has been established by the European Food Safety Authority (EFSA). The TDI established for ESBO is 1 mg/kg body weight (EFSA, 2004, 2006). The European Union (EU) and Croatian (RH) legislation has set a specific migration limit (SML) for ESBO of 60 mg per kg food for general foods and 30 mg per kg infant foods (EC 2002, 2005, 2007a, 2007b; Pravilnik 2009).

The Scientific Panel on Food Additives, Flavourings, Processing Aids and Materials in Contact with Food (AFC) evaluated the results of the surveys available on the migration of epoxidised soybean oil (ESBO) into foodstuffs such as sauces, condiments and products in oil packaged in glass jar with metal lids lined with polyvinyl chloride (PVC) containing ESBO (EFSA, 2006).

Based on average concentration levels of ESBO in foods packaged in glass jars with PVC lined lids, the potential high dietary exposure of adults was estimated to be 0.25 mg/kg body weight (bw) /day.

KEY WORDS

Epoxidised soybean oil, ESBO, PVC, jars, green olive tapenade

SADRŽAJ

SAŽETAK	2
SUMMARY	3
POZADINA SLUČAJA	5
PROCIJENA RIZIKA	6
1. IDENTIFIKACIJA OPASNOSTI	6
1.1. Porijeklo ESBO	6
1.2. Koncentracija ESBO-a u hrani pakiranoj u staklenkama.....	6
1.3. Zakonodavni okvir.....	8
2. KARAKTERIZACIJA OPASNOSTI.....	9
2.1. Toksičnosti ESBO-a	9
2.1.1. Apsorpcija, raspodjela, metabolizam i izlučivanje ESBO-a.....	9
2.1.2. Mehanizam toksičnosti ESBO-a.....	9
2.1.3. Genotoksičnost, teratogenost i mutagenost ESBO-a	9
2.1.4. Procjena doza – učinak (LOEL, NOEL, TDD i ADI) za oralno uzeti ESBO	10
2.2. Identifikacija	10
2.2.1. Analitičke tehnike.....	11
2.2.2. Izražavanje rezultata.....	13
RASPRAVA	14
ZAKLJUČCI	15
PREPORUKE	15
DOKUMENTACIJA DOSTAVLJENA HAH-U	16
LITERATURA (REFERENCES)	19
DODATAK	23

POZADINA SLUČAJA

Ministarstvo poljoprivrede (NKT) je kroz EU RASFF sustav zaprimilo obavijest „2012.0011 Migration of epoxidised soybean oil (ESBO) from lids of jars containing green olive tapenade from Croatia“ – Migracija epoksidiranog ulja soje (ESBO) s poklopaca staklenki koji sadrže tapenadu od zelenih maslina iz Hrvatske. U zahtjevu Ministarstva traži se dostava znanstvenog mišljenja s obzirom na prirodu opasnosti i činjenicu da Pravilnikom o zdravstvenoj ispravnosti materijala i predmeta koji dolaze u neposredan dodir s hranom ([Pravilnik 2009; 2011](#)) nije preuzeta Uredba Komisije EU br. 10/2011 ([EC 2011](#)) o plastičnim materijalima i predmetima koji dolaze u kontakt s hranom.

Uzimajući u obzir navode iz zahtjeva formirana je radna grupa za donošenje znanstvenog mišljenja koja je iste razmatrala i nakon pregleda dostupne literature, naknadno dostavljenih materijala na zahtjev radne grupe o postupku analize ESBO-a te stručnih i znanstvenih dokumenata, donijela znanstveno mišljenje o migraciji epoksidiranog ulja soje (ESBO) s poklopca staklenki koje sadrže tapenadu od zelenih maslina iz Hrvatske.

ZAHVALE

Hrvatska agencija za hranu zahvaljuje svim članovima Radne grupe na doprinosu u izradi ovog znanstvenog mišljenja.

PROCIJENA RIZIKA

1. IDENTIFIKACIJA OPASNOSTI

1.1. Porijeklo ESBO

Epoksidirano ulje soje (ESBO) dobiva se iz sojinog ulja postupkom epoksidacije, primjenom octene kiseline i vodikova peroksida. Sojino ulje pogodno je za epoksidaciju zbog velikog broja dvostrukih veza. ESBO ima najširu primjenu u polimernoj industriji gdje se najčešće koristi kao omekšavalo, stabilizator ili kao akceptor klorovodične kiseline (HCl) zbog sadržanih epoksida (Fantoni i Simoneau, 2003) i to posebice u proizvodnji PVC-a. Primjena ESBO-a kao stabilizatora temelji se na smanjivanju UV degradacije PVC-a sprečavajući na taj način pojavu krhkosti plastike (Fantoni i Simoneau, 2003). Uporaba ESBO-a kao akceptora temelji se na djelovanju epoksidiranih masnih kiselina koje smanjuju autolitičku degradaciju PVC-a tijekom starenja (Shepherd i Gilbert, 1981; Howell i sur. 1990; Ash i Ash, 1999). ESBO se koristi kao omekšalo (plastifikator) u poli(vinil-kloridu), PVC, i to u brtvilu za poklopce, u prijanjajućoj foliji za omatanje hrane te kod igračaka (Castle i sur. 1990; Hammarling i sur. 1998; Nestmann i sur. 2005; Pedersen i sur. 2008). ESBO može biti sastavna komponenta lakova pa se na taj način može naći i u hrani u limenkama. ESBO se koristi i kao omekšavalo za transfuzijske pripravke (cijevi i vrećice) izrađene od PVC-a.

1.2. Koncentracija ESBO-a u hrani pakiranoj u staklenkama

Metalni poklopci za staklenke sadržavaju brtvilo, koje osigurava hermetičnost zatvaranja, koje je najčešće od PVC materijala plastisola. Poklopci sadržavaju oko 1 g brtvene mase, od kojih se 250-350 mg nalazi u izravnom kontaktu s hranom (Fankhauser-Noti i Grob 2006a). Budući da PVC sadržava 35-45% omekšala, oko 100 mg omekšala izloženo je djelovanju hrane. Male količine slobodnog ulja (najčešće na površini hrane) dovoljne su za ekstrakciju omekšala iz brtvene mase koja se u potpunosti može ekstrahirati tijekom produljenog skladištenja. Međutim, kod prehrambenih proizvoda u vodenom mediju (marmelade, hrana u otopini octa), ili ukoliko se radi o čvrstoj hrani čiji sadržaj ne dolazi u dodir s poklopcem (senf) migracija je zanemariva. Migracija omekšala u masnu hranu iznosi od 100 do 1000 mg/kg, što znatno premašuje zakonom dozvoljenu vrijednost ukupne migracije (OML) od 60 mg/kg ili 10 mg/dm² i najčešće premašuje i granicu specifične migracije (SML)

odnosno granicu proizišlu iz vrijednosti dopuštenog dnevnog unosa (TDI) (Fankhauser-Noti i sur. 2005; Fankhauser-Noti i sur. 2006b).

EFSA (2006) je u svojoj studiji navela rezultate istraživanja, provedenih u više zemalja (Austrija, Njemačka, Danska, Švicarska), na 222 uzorka masne hrane gdje se očekivao problem migracije ESBO-a. Uzorci su uključivali masne umake, kao što je majoneza i začinsko bilje (*béarnaise*-umak od maslaca, žumanjka i začinskog bilja; tartar, senf, hren itd.) umaci od povrća (pesto, rajčica, bosiljak, namazi od maslina itd.), povrće u ulju (masline, artičoke, patlidžan, češnjak, rajčica sušena na suncu, paprika, šampinjoni, kapare, grah, povrće u octu), sirevi u ulju (feta, sir od kozjeg mlijeka itd.) i ribe u ulju (sardine, tuna, dagnje, plodovi mora, sleđ, škampi itd.). U istraživanje nije bila uključena bezmasna hrana budući da ESBO gotovo nije topiv u hrani bez masti i stoga se i ne očekuje da migrira u takvim proizvodima. Rezultati analize prikazani su u tablici 1 u vidu postotaka ispitivanih uzoraka.

Tablica 1: Rezultati istraživanja migracije ESBO-a u hrani u staklenkama (EFSA, 2006)

Table 1: Summary of data from surveys on ESBO levels in foods in glass jars (EFSA, 2006)

Konzentracija u hrani <i>Concentration in food</i> (mg/kg)	Umaci i začinsko bilje (a) <i>Sauces and condiments (a)</i>			(b)	(c)	(d)
	Masni umaci <i>Fatty Sauce</i> (%)	Pesto <i>Pesto Sauce</i> (%)	Umak od rajčice <i>Tomato Sauce</i> (%)	Riba u ulju <i>Fish in oil</i> (%)	Povrće u ulju <i>Vegetables in oil</i> (%)	Sir u ulju <i>Cheese in oil</i> (%)
0-5	50	0	41	39	15	25
6-30	43	13	38	0	18	17
31-60	7	17	12	17	11	25
61-100	0	10	3	11	16	8
101-200	0	40	6	11	23	25
201-300	0	13	0	6	10	0
301-400	0	3	0	17	7	0
401-500	0	0	0	0	0	0
501-600	0	0	0	0	0	0
601-700	0	3	0	0	0	0

Kada se govori o specifičnoj migraciji vrlo važan je odnos kontaktne površine i volumena sadržaja (hrane) kako bi izražavanje rezultata (mg/dm² ili mg/kg hrane ili odgovarajuće modelne otopine hrane) bilo što vjerodostojnije. Ispitivanja se, što je princip zbog sigurnije zaštite zdravlja potrošača, provode u uvjetima znatno strožijim od onih u stvarnoj primjeni. Tablica 1 (EFSA, 2006) točno određuje postotak prekoračenih maksimalno dopuštenih vrijednosti specifične migracije ESBO za pojedinu

vrstu hrane. U tablici 2 (Fankhauser-Noti i sur., 2006a) navedena je zapremina (veličina) staklenke i specifična migracija ESBO-a. Iz navedenih tablica 1 i 2 moguće je zaključiti da specifična migracija ESBO-a ne ovisi samo o mediju (vrsti masne hrane) koji je u neposrednom dodiru s brtvom već i o veličini staklenke koja određuje veličinu poklopca odnosno veličinu površine brtve koja kontaktira s hranom.

Tablica 2: Proizvodi s najvećom koncentracijom ESBO-a (Fankhauser-Noti i sur., 2006a)

Table 2: Products with the highest ESBO concentrations (Fankhauser-Noti i sur., 2006a)

Proizvod <i>Product</i>	Veličina staklenke <i>Jar size (g)</i>	ESBO (mg/kg)
1 Namaz od maslina/ <i>Olive paste</i>	180	1170
2 Paprike u ulju/ <i>Peppers in oil</i>	180	840
3 Namaz od maslina/ <i>Olive paste</i>	100	740
4 Namaz od rajčice/ <i>Tomato paste</i>	80	620
5 Namaz od bosiljka/ <i>Basil paste</i>	90	610
6 Inćuni u ulju/ <i>Anchovies in oil</i>	90	600
7 Brokula u ulju/ <i>Broccoli in oil</i>	290	435
8 Artičoke u ulju/ <i>Artichoke in oil</i>	330	390
9 Tuna u ulju/ <i>Tuna in oil</i>	160	375
10 Masline u ulju/ <i>Olives in oil</i>	460	320

1.3. Zakonodavni okvir

ESBO se nalazi na popisu dozvoljenih omekšala i stabilizatora za plastiku kao što je PVC (Pedersen i sur. 2008; EC, 2002). Utvrđena je TDI vrijednost od 1 mg/kg tjelesne mase (EFSA, 2004, 2006). Zakonodavstvo EU i RH postavilo je granicu specifične migracije (SML) za ESBO od 60 mg/kg za svu hranu i 30 mg/kg za dječju hranu (EC 2007b; Pravilnik 2009).

Materijali i predmeti koji dolaze u neposredan dodir s hranom u RH regulirani su Zakonom o predmetima opće uporabe (NN 85/2006, NN 75/2009 i 43/2010) koji je objavljen prije Zakona o hrani (NN 46/07) kao i Pravilnikom o zdravstvenoj ispravnosti materijala i predmeta koji dolaze u neposredan dodir s hranom (NN 125/09) u kojemu je točno navedena i specificirana maksimalno dopuštena vrijednost specifične migracije ESBO-a koja je u skladu i sa EU Uredbom (EC 2011). ESBO je, dakle, reguliran zakonskim propisima pa samim time i postoji obveza ispitivanja specifične migracije ovog spoja u okviru službene kontrole. Proizvođači ambalaže (poklopaca i brtvila) na osnovu vrste i količine hrane koja će se pakirati u staklenke i kontaktne površine brtve s hranom mogu jedino

dati (i daju) primjenske preporuke. Navedene preporuke odnose se na veličinu brtve tj. količinu omekšavala koja je upravo proporcionalna sa količinom sadržaja, jer je u staklenki s većom količinom sadržaja i veći poklopac i veća brtva, pa i veća količina omekšavala u brtvi.

2. KARAKTERIZACIJA OPASNOSTI

2.1. Toksičnosti ESBO-a

2.1.1. Apsorpcija, raspodjela, metabolizam i izlučivanje ESBO-a

Esteri masnih kiselina, kao što je ESBO, lako se hidroliziraju u probavnom traktu djelovanjem lipaze gušterače. Nastale slobodne masne kiseline i gliceridi se lako apsorbiraju (JECFA, 1974). ESBO ima vrlo malu akutnu oralnu toksičnost, LD₅₀¹ od najmanje > 5 g/kg tjelesne mase štakora. ESBO izaziva laganu iritaciju kože i očiju kod zečeva (OECD, 2006).

2.1.2. Mehanizam toksičnosti ESBO-a

Hranjenjem štakora u dozama ESBO-a do 5%, tijekom 15 tjedana, uočeno je smanjenje rasta, a povećanja jetre i bubrega uočeno je pri dozama većim od 1.5%. Infiltracija masti u jetri uočena je pri dozi od i iznad 2.5% (~1.3 g/kg tjelesne mase na dan) (OECD, 2006).

2.1.3. Genotoksičnost, teratogenost i mutagenost ESBO-a

Istraživanja su pokazala da nema indikacije o genotoksičnosti ESBO-a na osnovi bakterijskih testova (EPA/OTS; 1987; Heath i Reilly, 1982), *in-vitro* testovima na sisavcima (EPA/OTS; 2000) ili embriotoksičnosti i teratogenosti primjenom *in-vitro* setom (*battery*) testova (Han i sur., 2000; Fantoni i Simoneau 2003).

ESBO je pokazao negativan nalaz u nizu *in vitro* testova na mutagenost i *in vitro* testova za kromosomalnu aberaciju. Zaključeno je da nije za očekivati da ESBO bude genotoksičan (OECD, 2006; BIBRA 1988).

Skupina štakora dobivala je hranom do 2.5% ESBO-a tijekom 2 godine (OECD, 2006). Preživljavanje nije bilo uvjetovano tretmanom. Pri najvećoj dozi uočeni su znaci toksičnosti. U navedenim tretmanima nije bilo pokazatelja o mogućoj pojavi tumora kod štakora. U ograničenoj studiji na štakorima,

¹ LD50-koncentracija antimikrobnog agensa koji ubija 50% populacije

hranjenih sa dozama ESBO do 5%, nije bilo pokazatelja karcinogenog učinka ESBO-a (Larsen i sur., 1960; OECD, 2006).

2.1.4. Procjena doza – učinak (LOEL, NOEL, TDD i ADI) za oralno uzeti ESBO

Unosom ESBO-a u ishranu štakora pri koncentracijama do 5% (1.25 g/kg tjelesne mase na dan), tijekom 90 dana (OECD, 2006) uočene su promjene u porastu tjelesne mase i unosu hrane pri višim dozama. Do porasta mase jetre došlo je i kod ženki i kod mužjaka štakora, pri dozama od 1% i 5%. Učinci su uočeni i na bubrezima kod mužjaka pri dozi od 1% i 5%. LOAEL² vrijednost je 1% ESBO. NOAEL³ je iznosio 0.2% (50 mg/kg tjelesne mase na dan). Privremeni usporeni rast te povećanje jetre i bubrega uočeno je pri dozi većoj od 1.5%. LOAEL je bio veći od 1.5%.

Unosom ESBO-a do 5%, tijekom 12 mjeseci, psi su, u skupini s velikim dozama ESBO-a, pokazali gubitak težine i smanjeni unos hrane (Larsen i sur., 1960; OECD, 2006). Nisu primijećeni drugi klinički znakovi, makroskopske ili histopatološke promjene, osim infiltracije masti u jetri kod jednog psa u skupini hranjenih visokom dozom. LOAEL je iznosio 5% ESBO-a (1,250 mg/kg tjelesne mase na dan). U nešto ograničenoj studiji (15 životinja/oba spola/doze), štakori su dobivali ESBO u dozama do 5% (1.25 g/kg tjelesne mase na dan) tijekom 2 godine (Larsen i sur., 1960; OECD, 2006). Do porasta težine došlo je pri najvišoj dozi. Masa jetre i bubrega se povećala od srednje doze prema većoj. Nisu uočene histopatološke promjene. NOAEL je iznosio 0.5 % (~120 mg/kg tjelesne mase na dan). Skupina štakora hranjena je s dozama ESBO-a do 2.5 % (1,000 mg/kg tjelesne mase na dan, kod mužjaka) (OECD, 2006). Preživljavanje nije ovisilo o tretmanu. Tjelesna masa je bila lagano povišena kod mužjaka, a kod ženki se smanjila u skupini s najvećom dozom ESBO-a. Kod iste skupine uočene su i neke promjene u konzumaciji hrane i vode. U skupini s visokom dozom ESBO-a uočeni su učinci na bubrezima i maternici (EFSA 2011).

2.2. Identifikacija

ESBO je bistra, viskozna tekućina, žute boje, slabo izraženog mirisa koja je po svom sastavu smjesa triglicerida u čijem sastavu u prosjeku dominiraju masne kiseline i to oko 11% palmitinske kiseline (16:0), 4% stearinske kiseline (18:1), 23% oleinske kiseline (18:1), 55% linolne kiseline (18:2) i 8% linoleinske kiseline (18:3) (Suman i sur. 2010). Upravo zbog svog lipofilnog karaktera, ali i namjene, ESBO posjeduje značajan migracijski potencijal kada je u neposrednom dodiru s masnom hranom. Identifikacija ESBO-a zbog njegovog kompleksnog sastava i k tome namjene može biti otežana, a

² LOAEL-Najniža doza/koncentracija sa štetnim učinkom, tj. najniža razina pri kojoj se još primjećuje štetan učinak.

³ NOAEL-Procjena odnosa doza za toksičnost pri ponovljenim dozama i toksičnost za razmnožavanje – učinak i kad je moguće, utvrđuje se razina pri kojoj se više ne primjećuje štetan učinak.

posebice kada se radi o identifikaciji u hrani, koja može biti različitog stupnja masnoće, pa se javljaju različite interferencije.

Postupak identifikacije ESBO-a u hrani odgovarajućom analitičkom tehnikom najčešće uključuje reakcije transesterifikacije ESBO-a u epoksidirane metil-estere te derivatizaciju u stabilnije 1,3-dioksolanske skupine masnih kiselina ESBO-a (Bueno-Ferrer i sur. 2009). U PVC-u ESBO može biti dodano kao glavno i jedino omekšavalno zbog čega ga se vrlo lako može identificirati. Kada se kao akceptor koristi klorovodična kiselina, koja se oslobađa u postupku toplinske obrade otvrdnjavanja plastisola (PVC masa za *Twist off* poklopce i zatvarače), (Biedermann i sur. 2008b) ili kao stabilizator, identifikacija mu je otežana. U tom se slučaju dodaje PVC-u u znatno manjim količinama i pomiješan sa drugim omekšavateljima kao što su poliadiipati ili di-izodecil ftalat (DIDP) (Ezerskis i sur. 2007). Osim toga moguće su i interakcije epoksidnih skupina s klorovodičnom kiselinom uz nastanak klorohidričnih derivata što još dodatno otežava identifikaciju ESBO-a u hrani (Weller i sur. 2007).

Normirana metoda za određivanje ESBO-a u brtvi poklopaca ili u hrani, kao i za većinu parametara u području materijala i predmeta koji dolaze u neposredan dodir s hranom, ne postoji. Trenutno, službene metode ispitivanja ESBO-a, ali i drugih omekšavala u brtvi poklopaca kao i u hrani utemeljene su na radovima objavljenim u relevantnim znanstvenim časopisima. Ispitni laboratoriji u EU akreditirali su navedene metode prema zahtjevima norme (EN ISO/IEC 17025:2007).

Europska Komisija je 2009. godine provela postupak međulaboratorijske usporedbe (Bratinova i sur. 2009) određivanja omekšavala u masnoj modelnoj otopini sa ovlaštenim nacionalnim laboratorijima u EU, a u svrhu bolje kontrole na tržištu EU. Testna metoda uključivala je ispitivanja brtve i ulja dobivenih od proizvođača hrane i ambalaže. Što se tiče spornog uzorka poklopca staklenki koje sadrže tapenadu od zelenih maslina, vidljivo je da su korištene akreditirane metode ispitivanja omekšavala (Fankhauser-Noti i sur. 2005; Biedermann i Grob 2006a; Biedermann i Grob 2006b; Fankhauser-Noti i Grob 2006b).

2.2.1. Analitičke tehnike

Za određivanje specifične migracije ESBO-a u hrani najčešće se koristi tehnika plinske kromatografije - spektrometrije masa (GC-MS), kojom se određuje koncentracija metil estera diepoksi linoleinske kiseline iz koje se potom računa koncentracija ESBO-a (Fankhauser-Noti i sur. 2006a; Biedermann i sur. 2007, 2008a; Bueno-Ferrer i sur. 2009; Sannino 2009). Postoji i nekoliko modifikacija ove metode, ovisno o vrsti hrane u kojoj se određuje specifična migracija ESBO-a uz uporabu unutrašnjeg standarda.

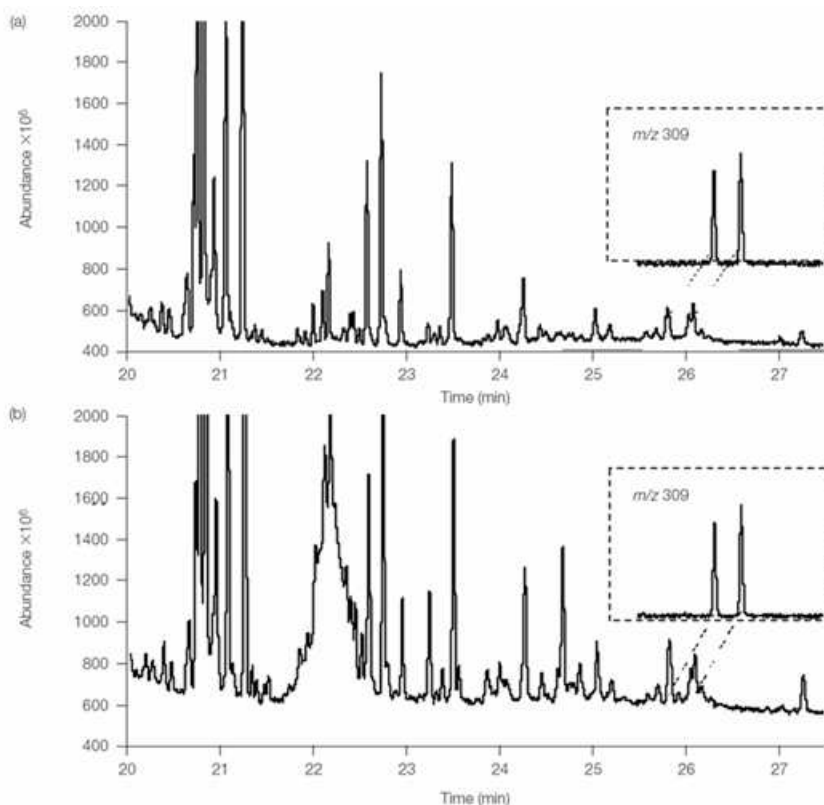
Koriste se i neke metode koje nakon reakcije transesterifikacije izoliraju metil estere diepoksi linoleinske kiseline uz uporabu dva unutrašnja standarda na tekućinskoj kromatografiji visoke učinkovitosti (HPLC), nakon čega se određuju tehnikom plinske kromatografije s plameno-ionizacijskim detektorom, GC-FID, (Bueno-Ferrer i sur. 2009). Sinteza unutrašnjeg standarda je

izrazito kompleksna i dugotrajna pa su razvijene neke modifikacije ove metode koje ne uključuju uporabu unutrašnjeg standarda kao što je na primjer brža i jednostavnija metoda određivanja specifične migracije ESBO-a, ali i drugih omekšavala (Bueno-Ferrer i sur. 2009). Tehnika GC-FID pokazala se prikladna za određivanje specifične migracije ESBO-a za većinu različitih tipova hrane (Biedermann-Brem i sur. 2007). Kada se određuje specifična migracija ESBO-a u masnoj hrani s velikim brojem interferencija selektivnost i osjetljivost će imati najvažniju ulogu pri dobivanju reproducibilnih rezultata. U tom slučaju potrebno je koristiti puno osjetljivije i selektivnije tehnike kao što je na primjer GC-MS u modu kemijske ionizacije CI (Biedermann-Brem i sur. 2007) koji pogoduje manjoj fragmentaciji iona uz mogućnost kontrole izbora plina reagensa. Rothenbacher i Schwack (2007) razvili su metodu određivanja specifične migracije ESBO-a u hrani tehnikama GC-MS-a i plinske kromatografije s tandemnom spektrometrijom masa GC-MS/MS uz uporabu stabilne izotopne otopine sintetizirane iz etil 9,10,12,13-diepoksi oktadekanoata uz prethodnu epoksidaciju u metil-estere diepoksi linolenske kiseline (Bueno-Ferrer i sur. 2009).

U slučaju kada se ESBO koristi kao akceptor klorovodične kiseline moguće su reakcije epoksi skupina s klorovodičnom kiselinom koje uključuju nastajanje derivata mono-, poliklorohidrina i/ili ostalih cikličkih derivata (Suman i sur. 2010). Određivanje ovih transformacijskih produkata ESBO-a direktno iz triglicerida vrlo je teško zbog kompleksnog matriksa pri čemu je potrebno koristiti vrlo osjetljive analitičke tehnike i odgovarajuću pripremu uzorka.

Najčešće korištena metoda za pročišćavanje uzorka je tehnika kromatografije na gelu ili kromatografije isključenja po veličini (GPC, *gel permeation* ili SEC, *size exclusion chromatography*) koja se kombinira sa GC-MS. Danas ova metoda predstavlja rutinsko određivanje ESBO-a (slika 1), (Weller i sur. 2007).

Kompleksni matriks uključuje i veliki broj različitih kombinacija masnih kiselina na glicerolnim skupinama pri čemu je neizbježna reakcija transesterifikacije u metilne-estere (Suman i sur. 2010). Za određivanje ovih transformacijskih produkata najčešće se primjenjuje tehnika tekućinske kromatografije visoke učinkovitosti pod visokim tlakovima – tandemne spektrometrije masa s ionizacijom elektroraspršenjem u pozitivnom načinu rada (UPLC-ESI(+))MS/MS) uz prethodnu pripremu uzorka. Priprema uzorka uključuje nekoliko koraka kao što su ekstrakcija, transesterifikacija i pročišćavanje ekstrakcijom na čvrstoj fazi (SPE) pri čemu se mogu identificirati i razdvojiti četiri izomera 18-E-OHCl klorohidrina i osam izomera 18-2OHCl klorohidrina (Suman i sur. 2010). Za sada još uvijek ne postoji službena analitička metoda za određivanje ovih derivata direktno iz hrane, ali se intenzivno radi na uspostavi kvantitativnog pristupa ovoj problematici uz razvoj referentnih i unutrašnjih standarda klorohidrina (Suman i sur. 2010).



Slika 1: Ciljana sekcija ukupne ionske struje (TIC, *total ion current*) uzorka (a) nakon GPC čišćenja i (b) prije čišćenja. Iscrtkani okvir prikazuje uvećano područje tragova m/z 309, koji odgovara najintenzivnijem ionskom fragmentu dvaju izomera ESBO derivata (Weller i sur. 2007)

Figure 1: Target section of the TIC of a sample (a) after GPC clean-up and (b) before sample clean-up. The dashed box shows a magnified section of the trace of m/z 309, corresponding to the most intensive fragment ion of the two isomers of the ESBO derivative (Weller i sur. 2007)

2.2.2. Izražavanje rezultata

Maksimalno dopuštena vrijednost specifične migracije (SML) ESBO-a u hrani ili modelnoj otopini hrane jednaka je maksimalno dopuštenoj vrijednosti za globalnu migraciju i iznosi 60 mg/kg, a u dječjoj hrani iznosi 30 mg/kg. U EU su ove vrijednosti propisane, pored već spomenutih zakonskih akata (EC 2005; EC 2007a, 2007b), i Uredbom 10/2011 EZ (EC 2011) o plastičnim materijalima i predmetima koji dolaze u neposredan dodir s hranom, a u RH Pravilnikom o zdravstvenoj ispravnosti materijala i predmeta koji dolaze u neposredan dodir s hranom (Pravilnik 2009), kao i Pravilnikom o hrani za dojenčad i malu djecu te prerađenoj hrani na bazi žitarica za dojenčad i malu djecu (Pravilnik 2008). Uredba 10/2011 EZ (EC 2011) propisuje izražavanje rezultata u mg/kg ukupne sume svih omekšavala koja mogu migrirati u hranu ili odgovarajuću modelnu otopinu hrane.

RASPRAVA

Prema EU zakonodavstvu (EC 2007a; EC 2007b) poklopci za staklenke tretiraju se kao ekvivalentni plastici. ESBO je prozirna, žuta viskozna tekućina i nalazi se na popisu dozvoljenih omekšala i stabilizatora za plastiku kao što je PVC (EC, 2002).

Istraživanja migracije ESBO-a, iz brtvene mase poklopca za zatvaranje staklenki, uz korištenje ulja ili alternativnih otopina simulanta hrane, rezultira izrazito velikim vrijednostima u odnosu na hranu s malim ili srednjim udjelom masti zbog jake interakcije simulanta s brtvenom masom. Takvo konvencionalno određivanje najčešće rezultira prevelikim vrijednostima granične globalne i specifične migracije u slučaju ESBO-a (Fankhauser-Noti i sur. 2005; Biedermann i sur. 2007; 2008a; 2008b).

U posljednje vrijeme uočen je značajan napor da se ESBO zamijeni drugim materijalima kao što je poliadiopat, koji predstavlja zadovoljavajuću zamjenu za ESBO (Ezerskis i sur. 2007).

Procjenu migracije ESBO-a u hranu kao što su umaci, začini i proizvodi u ulju pakirani u staklenkama s metalnim poklopcem prevučeni PVC materijalom koji sadržava ESBO, objavila je Radna grupa za aditive u hrani, arome, procesna pomagala i materijale u dodiru sa hranom (AFC, *Panel on Food Additives, Flavourings, Processing Aids and Materials in Contact with Food*) Europske agencije za sigurnost hrane (EFSA, *European Food Safety Agency*) (EFSA 2004; EFSA 2006).

Utvrđena je TDI vrijednost od 1 mg/kg tjelesne mase (bw) (SCF 1999; EFSA, 2004, 2006; Duffy i Gibney 2007). Zakonodavstvo Europske unije (EU) i Republike Hrvatske (RH) postavilo je granicu specifične migracije (SML) za ESBO od 60 mg/kg za svu hranu i 30 mg/kg za dječju hranu (EC 2005; EC 2007a, 2007b; Pravilnik 2009).

EFSA također navodi da ne postoji službena metoda za određivanje ESBO derivata, kao što su ESBO klorohidri, izravno u hrani. Nadalje, također ne postoji niti dovoljno analitičkih i toksikoloških podataka za davanje mišljenja o njihovom utjecaju na zdravlje.

Prema dostavljenim informacijama Ministarstva za zdravlje iz Ljubljane (e-poruka od 13.siječnja 2012., u prilogu), o predmetu ovog mišljenja, koncentracija omekšala (specifična migracija, SML, iz poklopca) je određena u proizvodu pakiranom u staklenku, a ne u simulantu hrane. Rezultat istraživanja (2911/514) u tapenadi od zelenih maslina SML-a za ESBO prelazi zakonom (EC 2002, 2005, 2007a, 2007b; Pravilnik 2009) utvrđenu vrijednost od 60 mg/kg.

U zahtjevu Ministarstva poljoprivrede RH traži se dostava znanstvenog mišljenja obzirom na prirodu opasnosti i činjenicu da Pravilnikom o zdravstvenoj ispravnosti materijala i predmeta koji dolaze u neposredan dodir s hranom (Pravilnik 2009; 2011) nije preuzeta Uredba Komisije EU br. 10/2011 (EC 2011) o plastičnim materijalima i predmetima koji dolaze u kontakt s hranom.

Međutim, gore spomenutom Uredbom (EC 2011) ne mijenja se stav o migraciji ESBO-a u hrani u odnosu na postojeće zakonodavstvo (EC 2002, 2005, 2007a, 2007b; Pravilnik 2009) te je stoga zahtjev po tom upitu bespredmetan.

ZAKLJUČCI

Specifična migracija ESBO-a u hranu nije nepoznata činjenica o čemu postoji dovoljno literaturnih podataka iz provedenih znanstvenih istraživanja. Kontaminacija proizvoda staklenki koje sadrže tapenadu od zelenih maslina s ESBO predstavlja zdravstveni rizik u pogledu prekoračenja vrijednosti dopuštenog dnevnog unosa (TDI, *Tolerable Daily Intake*) utvrđenog od strane Europske agencije za sigurnost hrane (EFSA, *European Food Safety Agency*) koja za ESBO iznosi 1 mg/kg tjelesne mase (EFSA, 2004, 2006). Obzirom na sve navedeno i važeće zakonske propise, zaključak je da sporni proizvod predstavlja zdravstveni rizik za potrošače.

PREPORUKE

Preporuka proizvođačima, koji pakiraju masnu hranu u staklenke s metalnim poklopcima koji sadrže brtvilo od PVC-a (*Twist off* poklopci i zatvarači) je da u kontaktu s proizvođačima ambalaže pravilno odaberu koju vrstu hrane će pakirati u koju vrstu ambalaže kako bi izbjegli moguće štetne učinke na zdravlje potrošača, a u konačnici i povlačenje proizvoda sa tržišta.

Na tržištu postoje različite vrste omekšavala za brtvenu masu od PVC-a (plastisol) koja se koriste u *Twist off* poklopcima i zatvaračima. Ova omekšavala imaju različiti migracijski potencijal i afinitet prema određenoj vrsti hrane (kisela, masna, neutralna) pri čemu će pravilan odabir znatno umanjiti mogućnost prekoračenja maksimalno dopuštenih vrijednosti specifičnih migracija u hranu ili u modelnu otopinu hrane.

U svrhu udovoljavanja zakonskih propisa potrebno bi bilo ishoditi sve certifikate od proizvođača ambalaže koji su u skladu sa svim trenutno važećim propisima te uspostaviti sustav sljedivosti ambalaže i ambalažnih materijala sa gotovim proizvodom. Sljedivost mora biti osigurana u svim fazama radi lakše kontrole, povlačenja proizvoda s greškom, informiranja potrošača i pripisivanja odgovornosti kao i u svrhu dostupnosti informacija nadležnim tijelima na zahtjev. Svrha sljedivosti je i uspostava odgovarajućeg sustava identifikacije putem označavanja ili relevantne dokumentacije ili informiranja.

DOKUMENTACIJA DOSTAVLJENA HAH-U

1. Analitičko izvješće Inštituta za varovanje zdravlja Republike Slovenije



INŠTITUT ZA VAROVANJE ZDRAVJA REPUBLIKE SLOVENIJE
NATIONAL INSTITUTE OF PUBLIC HEALTH
LJUBLJANA, Trubarjeva 2, p.p. 260 tel: 01 244-14-00 fax: 01 244-14-47 Područje št. 01105-0030928242
ODDELEK ZA SANITARNO KEMIJO, Ortoškova 44, Ljubljana, tel: 01 52-05-702, fax: 01 52-05-730



Vzorec: 2011/514 - 1
Datum poročila: 28.12.2011

Poročilo o preskušanju

Vzorec: **39726 Naravni namaz iz zelenih oliv**
Naročnik: Zdravstveni inšpektorat RS OE Maribor, Uli. heroja Tomšiča 2, 2000 Maribor
Lastnik: MARIDIS d.o.o., Tržaška cesta 67a, 2000 Maribor
Odvzemno mesto: Hipermarket E'Leclerc, Tržaška c. 67a, Maribor
Izvor-poreklo: Hrvaška
Datum sprejema: 18.02.2011
Preskušano do: 28.12.2011
Namen: DP-Dopolnilni program

Opis vzorca:

Izvirno maloprodajno proizvajalčevo pakiranje - kozarec z navojnim pokrovčkom napolnjen z namazom iz zelenih oliv. Na kozarcu je ovojni kartonček z deklaracijo: NARAVNI NAMAZ IZ ZELENIH OLIV, Dida Boža, Sestavine... Uporabno najmanj do konca 10/2012, Neto 190 g, navodilo za hrambo...

Vzorec je v zavezani in zapečateni prozorni plastični vrečki z nalepko s podatki o vzorčenju iz zapisnika

Rezultati preskušanja

Parametar	Rezultat	Enota	Normativ	Vir normativa	Metoda
Vsebnost mehčal v živilu					
ESBO	92.5	mg/kg	60	(147)	179-PCVIAZŠvenh
DBS	4.8	mg/kg	Glej opombo	(147)	179-PCVIAZŠvenh
ATBC	1.5	mg/kg	Glej opombo	(147)	179-PCVIAZŠvenh
DINCH	38.2	mg/kg	Glej opombo	(147)	179-PCVIAZŠvenh
Vsota mehčal	136.9	mg/kg	60	(147)	179-PCVIAZŠvenh
Vsota mehčal	22.8	mg/dm ²	10	(147)	179-PCVIAZŠvenh

Seznam virov normativa:

(147) Uredba KOMISIJE (ES) št. 10/2011 z dne 14. januarja 2011 o polimernih materialih in izdelkih, namenjenih za stik z živilom s spremembo št. 32/1/2011

Rezultati preskušanja se nanašajo (skupno) na preskušeni vzorec.
Poročilo se brez pomena odstopa preskuševalne laboratorije ne sme reproducirati, razen v celoti in se ne sme uporabljati v reklamne namene

SMR1 1/2


INŠTITUT ZA VAROVANJE ZDRAVJA REPUBLIKE SLOVENIJE
NATIONAL INSTITUTE OF PUBLIC HEALTH

 LJUBLJANA, Trubarjeva 2, p.p. 260 tel.: 01 244-14-00 fax: 01 244-14-47 Poštni št.: 01100-6030926242
ODELEK ZA SANITARNO KEMIJO, Grablovičeva 44, Ljubljana, tel.: 01 52-05-702, fax: 01 52-05-730

 Vzorec: 2011/514 - 1
 Datum ocene: 28.12.2011

Zadeva: Ocena skladnosti

V živilu smo določili vsebnost mehčal:

- epoksidirano sojino olje,
- dibutil ester sebacinske kisline,
- tri-n-butil aceti citrat,
- diizoozil ester 1,2-cikloheksandikarboksinske kisline

v skupni koncentraciji, ki (z upoštevanjem merilne negotovosti) presega 60 mg/kg živila. Tudi koncentracija epoksidiranega sojinjega olja samega presega 60 mg/kg živila.

Ocenjujemo, da vzorec NI SKLADEN z določili Uredbe KOMISIJE (ES) št. 10/2011 z dne 14. januarja 2011 o polimernih materialih in izdelkih, namenjenih za stik z živilom s spremembo št. 321/2011.

Mejna vrednost za epoksidirano sojino olje je navedena pod št. 532 v preglednici 1 Uredbe. Mejna vrednost za vsoto mehčal je skupinska omejitev za vsoto snovi, ki so v Uredbi navedene v preglednici 2 pod skupinsko omejitvijo št. 32.

Vzorec smo v analizo sprejeli dne 18.02.2011. Takrat Uredba 10/2011 še ni bila v veljavi.

Takrat je specifično migracijo mehčal iz polimernih materialov in izdelkov (tesnila pokrova embalaže) in celotno migracijo snovi iz materialov in izdelkov (vsoto mehčal, ki migrirajo) urejala Direktiva 2002/72/EC z dne 6. avgusta 2002 o polimernih materialih in izdelkih, namenjenih za stik z živilom, s spremembami, ki je v slovenski pravni red prevzeta s Pravilnikom o polimernih materialih in izdelkih namenjenih za stik z živilom (Ur.LRS 65/2008, 22/2010).

 Mejna vrednost celotne migracije je merilo inertnosti materiala in preprečuje nesprejemljivo spremembo v sestavi živil. Podana je v 2. členu zgoraj omenjene Direktive, ki navaja, da sestavine polimernih materialov in izdelkov ne smejo migrirati v živila v količinah, ki presegajo 60 miligramov sestavin, sproščenih na kilogram živila ali modelno raztopino za živila (mg/kg). Pri izdelkih, kakršne so posode ali ki so podobni posodam ali ki jih je mogoče napolniti in imajo prostornino manj kot 500 mililitrov (ml) ali več kot 10 litrov (l) mejna vrednost znaša 10 miligramov na kvadratni decimeter površine materiala ali izdelka (mg/dm²). Mejna vrednost celotne migracije je v vzorcu presežena.

Mejna vrednost za specifično migracijo ESBO v tesnilih pokrovov je bila podana v spremembi Direktive 2002/72/ES, ki je izšla kot Direktiva Komisije 2007/19/ES z dne 2. aprila 2007 o spremembi Direktive 2002/72/ES o polimernih materialih in izdelkih, namenjenih za stik z živilom, in Direktiva Sveta 85/572/EGS o določitvi seznama modelnih raztopin za preskušanje migracije sestavin polimernih materialov in izdelkov, namenjenih za stik z živilom, v prilogi III. Po določilih Direktive Komisije 2007/19/ES je mejna vrednost specifične migracije ESBO bila 60 mg/kg živila in je v vzorcu presežena. V skladu z Direktivo Komisije 2007/19/ES je omogočen uvoz pakiranih živil, ki imajo tesnila pokrovov, ki niso v skladu z zahtevami za spojino ESBO, na trg EU, še do 30. aprila 2009.

Po podatkih naročnika analize je bil uvoz pakiranega živila po 30. aprilu 2009, zato glede specifične migracije ESBO vzorec NI SKLADEN z zahtevami takrat veljavne zakonodaje Direktive 2002/72/ES s spremembami in NI VAREN glede na določila točke 1 a 3. člena Uredbe Evropskega parlamenta in Sveta (ES) št. 1935/2004 z dne 27. oktobra 2004 o materialih in izdelkih, namenjenih za stik z živilom in o razveljavitvi direktiv 80/590/EGS in 89/109/EGS.

Zaradi previsoke celotne migracije ocenjujemo, da vzorec NI SKLADEN z določili takrat veljavne zakonodaje – Pravilnika o polimernih materialih in izdelkih, namenjenih za stik z živilom in točke 1 b 3 člena Uredbe Evropskega parlamenta in Sveta (ES) št. 1935/2004 z dne 27. oktobra 2004 o materialih in izdelkih, namenjenih za stik z živilom in o razveljavitvi direktiv 80/590/EGS in 89/109/EGS.

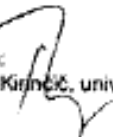
Opomba:

Ocena skladnosti 2011/514-1 v celoti zamenjuje oceno skladnosti 2011/514 z dne 15.12.2011.

 Oceno pripravil:
 Andreja Zorič, univ. dipl. kem.



 Vodja oddelka:
 dr. Stanislava Kirinčič, univ. dipl. inž. živ. tehnol.



Opomba:

ESBO epoksidirano sojino olje (št. snovi FCM 532)
DBS dibutil ester sebacinske kisline (št. snovi FCM 242)
ATBC tri-n-butil acetil citrat (št. snovi FCM 138)
DINCH dizononil ester 1,2-cikloheksandikarboksilne kisline (št. snovi FCM 775)

Najprej je bila v vzorcih pokrovcov določena vsebnost mehčal, analizo so opravili v laboratoriju CVUA Stuttgart, nato pa je bila izvedena določitev mehčal v živih v laboratoriju Kantonales Labor Zuerich.

Majna vrednost za vsoto mehčal predstavlja skupinsko omejitev za vsoto snovi, ki so v Uredbi 10/2011 navedene v preglednici 2 pod skupinsko omejitvijo št. 32 (in predstavlja omejitev celotne migracije po Direktivi 2002/72/EC s popravki).

Merina negotovost določitve vsote mehčal znaša 12 %, določitve ESBO znaša 15 %.

OPOMBA:

Poročilo o preskušanju št. 2011/514 - 1 v celoti zamenjuje poročilo o preskušanju št. 2011/514 z dne 15.12.11.

Opozorilo: Ocene so izpisane na ločenih dokumentih (Ocena skladnosti).

Koordinator laboratorija za predmete splošne uporabe:
mag. Viviana Golja, univ. dipl. kem.



Za vodjo oddelka:
dr. Stanislava Kirinčič, univ. dipl. inž. živ. tehnol.




LITERATURA (REFERENCES)

1. Ash, M., Ash, I., (1999) Epoxidized soyabean oil, In: *Handbook of food packaging chemicals and materials*, Synapse Information Resources, (430)
2. BIBRA (1988) The British Industrial Biological Research Association (BIBRA). *Toxicity Profile on Epoxidized Soybean Oil*. Carlshalton: Surrey, UK, 1988.
3. Biedermann M., Fiselier K., Grob K (2008a) Testing migration from the PVC gaskets in metal closures into oily foods-review, *Trends in Food Science & Technology*, 19 (3) 145-155.
4. Biedermann M., Fiselier K., Marmiroli G., Avanzini G., Rutschmann E., Pfenninger S., Grob K.. (2008b) Migration from the gaskets of lids into oily foods: first results on polyadipates, *European Food Research and Technology*, 226, 1399-1407.
5. Biedermann M., Grob K. (2006a) GC method for determining polyadipate plasticizers in foods: transesterification to dibutyl adipate, conversion to migrating polyadipate, *Chromatographia* 64, 543-552.
6. Biedermann M., Grob K. (2006b) GC-MS characterization of oligomers in polyadipates used as plasticizers for PVC in food contact, *Packaging Technology and Science* 19, 159-178.
7. Biedermann-Brem S., Biedermann M., Fankhauser-Noti A., Grob K. Helling R., (2007) Determination of epoxidized soy bean oil (ESBO) in oily foods by GC-FID or GC-MS analysis of the methyl diepoxy linoleate, *European Food Research and Technology*, 224, 309-314.
8. Bratinova S., Valzacchi S., Beldi G., Morkunas V., Contini C., Hannaert P., Simoneau C. (2009) Report of the interlaboratory comparison organised by the European Union Reference Laboratory Food Contact Material: Plasticisers in Gaskets and Oil. Publication Office of the European Union, Luxembourg, JRC Scientific and Technical Report, EUR 23972 EN
9. Bueno-Ferrer C., Jiménez A., Garrigós M. C. (2009) Migration analysis of epoxidized soybean oil and other plasticizers in commercial lids for food packaging by gas chromatography-mass spectrometry, *Food Additives and Contaminants*, 27 (10) 1469-1477.
10. Castle L, Mayo A, Gilbert J. (1990) Migration of epoxidised soya bean oil into foods from retail packaging materials and from plasticised PVC film used in the home, *Food Additives and Contaminants*, 7, 29-36.
11. Duffy E. Gibney M. J. (2007) Use of a food-consumption database with packaging information to estimate exposure to food-packaging migrants: epoxidized soybean oil and styrene monomer, *Food Additives and Contaminants*, 24 (2), 216-225.
12. EC (2002) Commission Directive 2002/72/EC (with amendments) relating to plastic materials and articles intended to into contact with foodstuffs. Official Journal of the European Union. 2002 L 220: 18.

13. EC (2005) Commission Directive 2005/79/EC of 18 November 2005 amending Directive 2002/72/EC relating to plastic materials and articles intended to come into contact with food, OJ L 302/35, 19.11.2005.
14. EC (2007a) Commission Directive 2007/19/EC of 30 March 2007 amending Directive 2002/72/EC relating to plastic materials and articles intended to come into contact with food and Council Directive 85/572/EEC laying down the list of simulants to be used for testing migration of constituents of plastic materials and articles intended to come into contact with foodstuffs, OJ L 91/17, 31.3.2007.
15. EC (2007b) European Commission Regulation (EC) No 372/2007 of 2 April 2007 laying down transitional migration limits for plasticizers in gaskets in lids intended to come into contact with foods Official Journal of the European Union L 92: 9.
16. EC (2011) Commission Regulation (EU) No 10/2011 of 14 January 2011 on plastic materials and articles intended to come into contact with food
17. EFSA (2004) Opinion of the scientific panel on food additives, flavourings, processing aids and materials in contact with food on a request from the Commission related to the use of epoxidised soya bean oil in food contact materials adopted on 26 May 2004 by written procedure Question No EFSA-Q-2003-073
(http://www.efsa.eu.int/science/afc/afc_opinions/467/opinion_afc10_ej64_epox_soyoil_en1.pdf).
18. EFSA (2006) Opinion of the scientific panel on food additives, flavourings, processing aids and materials in contact with food related to exposure of adults to epoxidised soybean oil used in food contact materials. Question No EFSA-Q-2005-219073
(http://www.efsa.eu.int/science/afc/afc_opinions/1399/afc_op_ej332_esbo_op_en1.pdf).
19. EFSA (2011) Panel on Contaminants in the Food Chain (CONTAM); Scientific Opinion on the evaluation of the substances currently on the list in the Annex to Commission Directive 96/3/EC as acceptable previous cargoes for edible fats and oils – Part I of III. EFSA Journal 2011;9(12):2482. [61 pp.] doi:10.2903/j.efsa.2011.2482. (www.efsa.europa.eu/efsajournal)
20. EN ISO/IEC 17025:2007. General requirements for the competence of testing and calibration laboratories (ISO/IEC 17025:2005+Cor.1:2006; EN ISO/IEC 17025:2005+AC:2006).
21. EPA/OTS (1987), Ames/salmonella mutagenicity assays of epoxidized soybean oil (ESO) and chlorinated ESO, EPA/OTS doc #86870000311
22. EPA/OTS (2000), CHO/HGPRT gene mutation assay with epoxidized soybean oil (ESO) and chlorinated ESO, EPA/OTS doc #86870000312
23. Ezerskis Z., Morkunas V., Suman M., Simoneau C. (2007) Analytical screening of polyadipates and other plasticisers in poly(vinyl chloride) gasket seals and in fatty food by gas chromatography-mass spectrometry. Analytica Chimica Acta, 604, 29-38.
24. Fankhauser-Noti A., Biedermann-Brem S., Grob K. (2006a) PVC plasticizers/additives migrating from the gaskets of metal closures into oily food: Swiss market survey June 2005, European Food Research and Technology, 223, 447-453.

25. Fankhauser-Noti A., Fiselier K., Biedermann S., Biedermann M., Grob K., Armellini F., Rieger K., Skjevraak I. (2005) Epoxidized Soy Bean Oil (ESBO) migrating from the gaskets of lids into food packed in glass jars, *European Food Research and Technology*, 221, 416-422.
26. Fankhauser-Noti A., Fiselier K., Biedermann-Brem S., Grob K. (2006b) Assessment of epoxidized soy bean oil (ESBO) migrating into foods: Comparison with ESBO-like epoxy fatty acids in our normal diet, *Food and Chemical Toxicology*, 44 (8) 1279-1286.
27. Fankhauser-Noti A., Grob K. (2006a) Migration of plasticizers from plastisol gaskets of lids for glass jars into oily foods: gasket material in food contact, proportion of plasticizer migrating into food, testing by simulation, *Trends in Food Science & Technology* 17, 105-112.
28. Fankhauser-Noti A., Grob K. (2006b) Injector-internal thermal desorption from edible oils performed by programmed temperature vaporizing (PTV) injection, *J. Separation Science* 29, 2365-2374.
29. Fantoni, L., Simoneau, C. (2003) European survey of contamination of homogenized baby food by epoxidized soybean oil migration from plasticized PVC gaskets, *Food Additives and Contaminants*, 20 (11) 1087-1096.
30. Hammarling L., Gustavsson H., Svensson K., Karlsson S., Oskarsson A. (1998) Migration of epoxidized soya bean oil from plasticized PVC gaskets into baby food, *Food Additives and Contaminants*, 15, 203-208.
31. Han, S.Y., Lee, D.H., Kim, C.K., Shin, J.H., Moon, H.J., Kim, H.S., Kim, S.H., OH, S.D., Lee, R.D., Kim, T.S., Won, E.H., Park, K.L. (2000) Embryotoxicity and teratogenicity studies of epoxidized soy bean oil (ESBO) using in vitro battery test system, *Teratology*, 61, 485.
32. Heath, J.L., Reilly, M. (1982) Mutagenesis testing of acetyl-tributylcitrate and epoxidized soybean oil, *Poultry Science*, 61, 2517-2519.
33. Howell, B.A., Betso, S.R., Metzger, J.A., Smith, P.B., and Debney, M.F. (1990) Thermal degradation of epoxidized soybean oil in the presence of chlorine containing polymers, *Termochimica Acta*, 166, 207-218.
34. JECFA (1974) Joint FAO/WHO Expert Committee on Food Additives). WHO Food Additives Series No. 5. Toxicological evaluation of some food additives including anticaking agents, antimicrobials, antioxidants, emulsifiers and thickening agents. Seventeenth Report of the Joint FAO/WHO Expert Committee on Food Additives. WHO, Geneva, Switzerland.
35. Larsen P.S., Finnegan J.K., Haag H.B., Smith R.B. Jr., Hennigar G.R. (1960) Chronic toxicity studies on two epoxidized soybean oils in the rat and dog, *Toxicology and Applied Pharmacology*, 2, 649-658.
36. Nestmann E.R., Lynch B.S., Musa-Veloso K., Goodfellow G.H., Cheng E., Haighton L.A., Lee-Brotherton V.M. (2005) Safety assessment and risk-benefit analysis of the use of azodicarbonamide in baby food jar closure technology: Putting trace levels of semicarbazide exposure into perspective – A review, *Food Additives and Contaminants*, 22, 875-891.
37. OECD (2006) Organisation for Economic Co-operation and Development. Screening Information Dataset (SIDS) Initial Assessment Report. Epoxidized oils and derivatives. CAS No 61789-01-3: Fatty

- acids, tall-oil, epoxidized, 2-ethylhexyl esters (ETP), CAS No 68609-92-7: 9-Octadecanoic acid (Z)-, epoxidized, ester W/propylene glycol (EODA) CAS No 8013-07-8: Epoxidized soybean oil (ESBO) CAS No 8016-11-3: Epoxidized linseed oil (ELSO or ELO). SIAM 22 (Paris, 18-21 April 2006).
38. Pedersen G.A., Jensen L.K., Fankhauser A., Biedermann S., Petersen J.H., Fabech B. (2008). Migration of epoxidized soybean oil (ESBO) and phthalates from twist closures into food and enforcement of the overall migration limit, *Food Additives and Contaminants*, 25 (4) 503-510.
 39. Pravilnik (2008) o hrani za dojenčad i malu djecu te prerađenoj hrani na bazi žitarica za dojenčad i malu djecu, Narodne novine br. 74/08 i 106/10.
 40. Pravilnik (2009) o zdravstvenoj ispravnosti materijala i predmeta koji dolaze u neposredan dodir s hranom, Narodne novine br. 125/09.
 41. Pravilnik (2011) o izmjeni i dopuni pravilnika o zdravstvenoj ispravnosti materijala i predmeta koji dolaze u neposredan dodir s hranom, Narodne novine br. 31/2011.
 42. Rothenbacher, T. Schwack, W. (2007) Determination of epoxidized soybean oil by gas chromatography/single quadrupole and tandem mass spectrometry stable isotope dilution assay. *Rapid Communications in Mass Spectrometry*, 21(12):1937-1943.
 43. Sannino (2009) Survey of phthalate levels in Italian oily foods contained in glass jars with PVC gaskets, *Food Additives and Contaminants, Part B*, 2:2, 166-170
 44. SCF (1999) Compilation of the evaluations of the Scientific Committee for Food on certain monomers and additives used in the manufacture of plastic materials intended to come into contact with foodstuffs until 21 March 1997. Reports of the Scientific Committee for Food (42nd series). European Commission, Luxembourg.
 45. Sheperd, M.J., Gilbert, J. (1981) Studies on the stabilization of poly(vinyl-chloride) with epoxides - transformation products and their migration from packaging to foods, *European Polymer Journal*, 17, 285-289.
 46. Suman M, De Dominicis E, Commissati I. (2010) Trace detection of the chlorohydrins of epoxidized soybean oil in foodstuffs by UPLC–ESI–MS/MS, *Journal of Mass Spectrometry*, 45 (9) 996-1002.
 - Weller P., Herrnreiter M., Donaubaue A. (2007) A Miniaturized Method to Determine Epoxidized Soybean Oil in Baby Food, *LCGC ASIA PACIFIC* 10 (3).
<http://www.chromatographyonline.com/lcgc/article/articleDetail.jsp?id=458032>
 47. Weller Weller P., Herrnreiter M., Donaubaue A. (2007) A Miniaturized Method to Determine Epoxidized Soybean Oil in Baby Food, *LCGC ASIA PACIFIC* 10 (3).
<http://www.chromatographyonline.com/lcgc/article/articleDetail.jsp?id=458032>
 48. Zakon (2006), o predmetima opće uporabe, Narodne novine br. 85/06.
 49. Zakon (2007), o hrani, Narodne novine br. 46/07.
 50. Zakon (2009), o izmjenama zakona o predmetima opće uporabe, Narodne novine br. 75/09.
 51. Zakon (2010), o izmjenama zakona o predmetima opće uporabe Narodne novine br. 43/2010.

DODATAK

- elektronički odgovor-pojašnjenje analize ESBO iz Slovenije (Inštitut za varovanje zdravja Republike Slovenije)

From: Suzana Poglajen [<mailto:Suzana.Poglajen@gov.si>]

Sent: Friday, January 13, 2012 3:43 PM

To: Ivica Delić

Cc: Darko Mehikić; Andreja Mojškrc

Subject: FW: pojasnilo 2011/514 Fwd: FW: 2012.0011_MIGRATION OF EPOXIDISED SOYBEAN OIL (ESBO)

Spoštovani,

Posredujem vam odgovor laboratorija na vaše vprašanje. Zaradi lažjega razumevanja je pripravljen v angleškem jeziku.

Lep pozdrav,

Suzana Poglajen

Ministrstvo za zdravje

Zdravstveni inšpektorat Republike Slovenije

Sektor za strategijo in planiranje

Parmova cesta 33

SI-1000 Ljubljana

Tel.: 01-28-03-828

Fax: 01-28-03-808

E-mail: suzana.poglajen@gov.si

<http://www.zi.gov.si/>

From: Andreja Zoric [<mailto:Andreja.Zoric@ivz-rs.si>]

Sent: Friday, January 13, 2012 3:33 PM

To: Suzana Poglajen

Cc: Viviana Golja

Subject: pojasnilo 2011/514 Fwd: FW: 2012.0011_MIGRATION OF EPOXIDISED SOYBEAN OIL (ESBO)

Spoštovani,

pošiljamo pojasnilo k poročilu za vzorec namaza iz zelenih oliv 2011/514.

Concentration of plasticisers (namely specific migration from lid's gasket) was determined in food which was packed in glass jars and not in simulant).

The sample of green olive tapenade (2011/514) was evaluated as not compliant with legislation because of:

- Specific migration of epoxidised soybean oil (ESBO) exceeding the specific migration limit value

According to directive 2007/19/EC (which is amending directive 2002/72/EC) specific migration limit for ESBO is 60 mg/kg (of food or food simulant) and the manufacture and importation into Community of plastic materials and articles which do not comply with this restriction is prohibited from 1 May 2009. The product was imported after this date so it is incompliant with the above mentioned directive.

- Overall migration exceeded overall migration limit value

Overall migration limit value (defined as maximum permitted total amount of non-volatile substances released from a material) specified in directive 2002/72/EC is 60 mg/kg (or 10 mg/dm² of the sample contact surface). The sum of plasticisers determined in the sample exceeds this limit.

As the sample was taken for analysis on 18 February 2011 the compliance was evaluated according then applicable legislation.

Regulation 10/2011 was not yet in force at the time the sample was taken.

We hope this explanation is satisfactory. If you need any additional information about the method please contact us. It may take longer to obtain them because we have to get them from the laboratory which analysed the sample.

Lep pozdrav,

Andreja Zorič

Inštitut za varovanje zdravja Republike Slovenije

Oddelek za sanitarno kemijo

Grablovičeva 44, Ljubljana 1000, Slovenija

tel.: 01 52 05 745

fax: 01 52 05 730