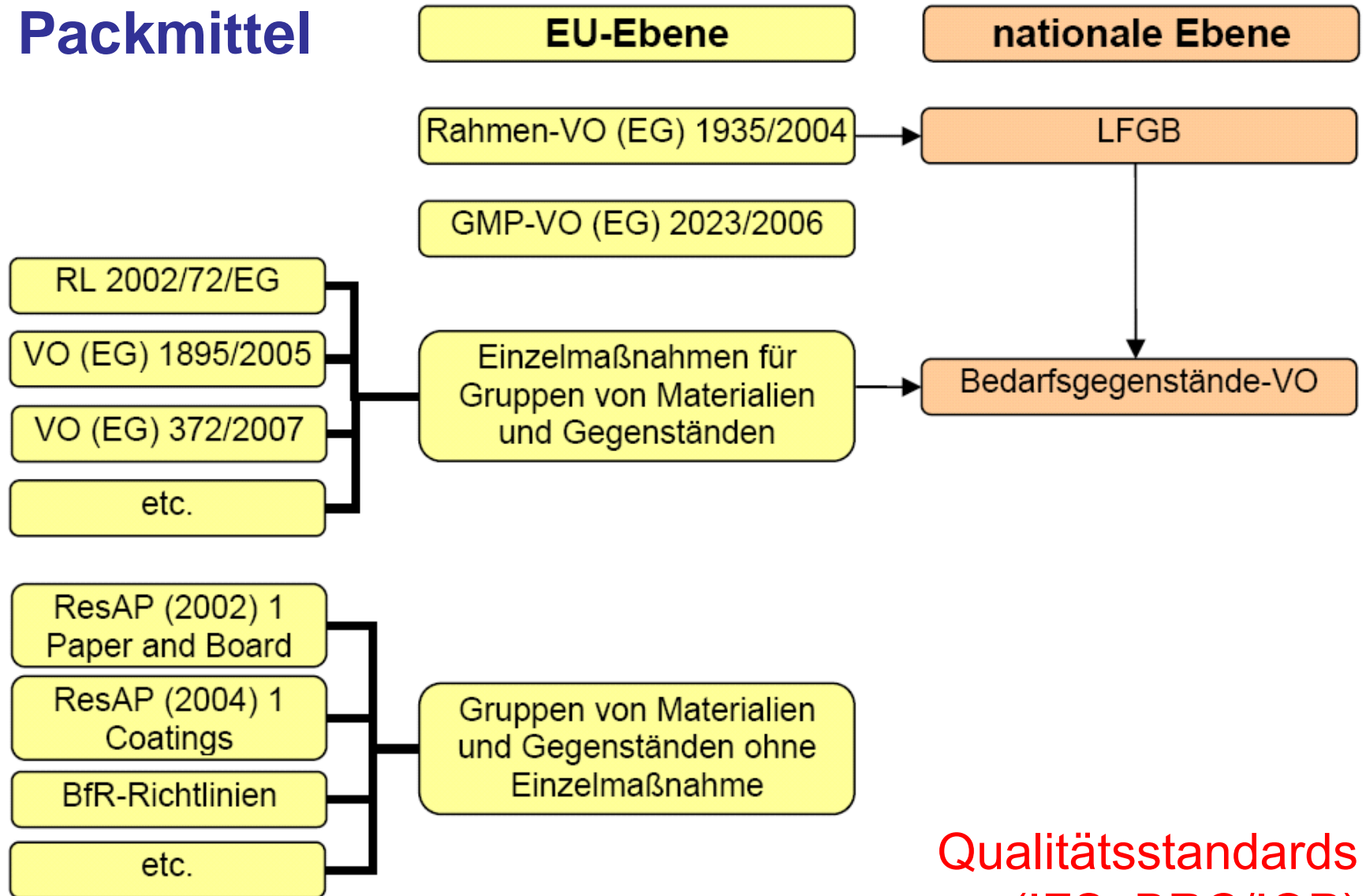


Chemische, mikrobiologische und sensorische Methoden der Analyse von Packmitteln



Rechtliche Grundlagen

Packmittel



**Qualitätsstandards
(IFS, BRC/IOP)**

Lebensmittel

**Verordnungen, die Angaben über die
Beschaffenheit von
Lebensmittelverpackungen machen**

Lebensmittel-Basis-VO (EG) 178/2002
Art. 14, 16

Kontaminanten-VO (EG) 315/93

Lebensmittel-Hygiene-VO (EG) 852/2004
Anhang I

Zusatzstoff-Zulassungs-VO
(Umsetzung der entsprechenden EU-RL)

Kernaussage

Rahmenverordnung (EG) 1935/2004

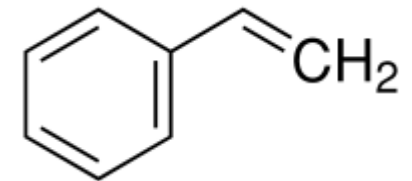
Artikel 3: Allgemeine Anforderungen

- keine Gefährdung der menschlichen Gesundheit
- keine unvertretbare Veränderung der Zusammensetzung der Lebensmittel
- keine Beeinträchtigung der organoleptischen Eigenschaften der Lebensmittel

Qualitätsparameter

Chemische Parameter (Migration)

- Globalmigration
- Spezifische Migration



Mikrobiologische Parameter

- Gesamtkeimzahl
- Hefen
- Schimmelpilze
- Enterobacteriaceae



Sensorische Parameter

- Geruchsübergang
- Geschmacksübergang



Migration allgemein

⇒ Wanderung niedermolekularer Substanzen

(hier: aus der Verpackung in das Lebensmittel)

- **Monomere** (z.B. Styrol, Terephthalsäure, Glycole)
- **Additive**
 - Antioxidantien, Lichtschutzmittel
 - Gleitmittel
 - Weichmacher
 - Füllstoffe
 - Antistatika, Emulgatoren, Farbmittel usw.
- **Verarbeitungshilfsmittel** (Polymerisationshilfsmittel)
- **Oligomere, Reaktions- und Abbauprodukte** (=NIAS)
- **Restlösemittel**

Gesamtmigration (1)

- ⇒ Aussage über die Inertheit des Packstoffs
- ⇒ quantitativ; nicht qualitativ

Gesamtmigrationsgrenzwert (Kunststoffe)

60 mg/kg Lebensmittel oder Simulanz bzw.

10 mg/dm² Oberfläche des Materials oder Gegenstandes

Methoden

Kunststoffe: DIN EN 1186, Teile 1-15

Papier / Pappe: DIN EN 14338 (Beschichtungen: DIN CEN/TS 14234)

beschichtete Metalle: DIN CEN/TS 14235

Prinzip

Lagerung des Packmittels mit geeignetem Prüflebensmittel / Simulanz bei definierten Prüfbedingungen (Zeit / Temperatur)

Einengen des Prüflebensmittels und gravimetrische Bestimmung des trockenen Rückstands

Gesamtmigration (2)

Art des Kontakts

Zelle

Beutel

vollständiges Eintauchen

Prüflebensmittel / Simulanzien

destilliertes Wasser

3%ige Essigsäure

15%iger Ethanol

50%iger Ethanol (Milchsimulanz)

Olivenöl (Fettsimulanz)

Ersatzsimulanzien: 95%iger Ethanol, Isooktan, Tenax® (MPPO)

⇒ **RL 85/572/EG: „Simulanzien-Richtlinie“**

Prüfbedingungen (Zeit / Temperatur)

je nach realen Anwendungsbedingungen; häufig 10 Tage / 40°C

zu beachten: Heißabfüllung, Sterilisation, Pasteurisation

⇒ **RL 82/711/EWG: „Migrations-Richtlinie“**



Spezifische Migration (1)

Kunststoff-Richtlinie 2002/72/EG:

Verzeichnis der Monomere und Additive

Verzeichnis der zulässigen Monomere und sonstigen Ausgangsstoffe

Ref.-Nr.	CAS-Nr.	Bezeichnung	Beschränkungen und/oder Spezifikationen
(1)	(2)	(3)	(4)
10030	000514-10-3	Abietinsäure	
10060	000075-07-0	Acetaldehyd	SML(T) = 6 mg/kg ⁽²⁾
10090	000064-19-7	Essigsäure	
10120	000108-05-4	Vinylacetat	SML = 12 mg/kg
10150	000108-24-7	Essigsäureanhydrid	
10210	000074-86-2	Acetylen	
10599/90A	061788-89-4	Dimere von ungesättigten Fettsäuren (C ₁₈), destilliert	QMA(T) = 0,05 mg/6 dm ² ⁽²⁷⁾

Spezifische Migration (2)

Grenzwerte

- SML: Specific Migration Limit; spezifischer Migrationsgrenzwert (mg/kg Simulanz); z.B. Vinylacetat
- SML(T): spezifischer Migrationsgrenzwert für eine Substanzgruppe (mg/kg Simulanz); z.B. Acrylate
-
- QM: Restgehalt einer Substanz im Material (mg/kg Material); z.B. Carbonylchlorid
- QM(T): Restgehalt einer Substanzgruppe im Material (mg/kg Material); z.B. Isocyanate
- QMA: Restgehalt einer Substanz im Material bezogen auf die Fläche (mg/6dm² Material); z.B. Chlortrifluorethylen
- QMA(T): Restgehalt einer Substanzgruppe im Material bezogen auf die Fläche (mg/6dm² Material); z.B. Dimere von ungesättigten Fettsäuren

Spezifische Migration (3)

Einzel-Methoden

- Kunststoffe: DIN EN 13130, Teile 1-28
- BVL-Methoden (§64 LFGB)
- Vinylchlorid: RL 81/432/EWG (LM) und RL 80/755/EWG (PVC)
- Publikationen

Prinzip

- SML-Substanzen: Migrationsansatz wie bei der Gesamtmigration mit Simulanz oder Bestimmung der Substanz im Lebensmittel
- QM-Substanzen: vollständige Extraktion aus dem Bedarfsgegenstand

⇒ **Nachweis und Quantifizierung der Substanzen im Migrat, Extrakt oder Lebensmittel mittels HPLC-DAD, LC-MS, GC-MS**

Beispiele

Caprolactam: GC-MS

Maleinsäure: HPLC-DAD

Fotoinitiatoren (ITX, Benzophenon...): LC-MS/MS

Spezifische Migration (4)

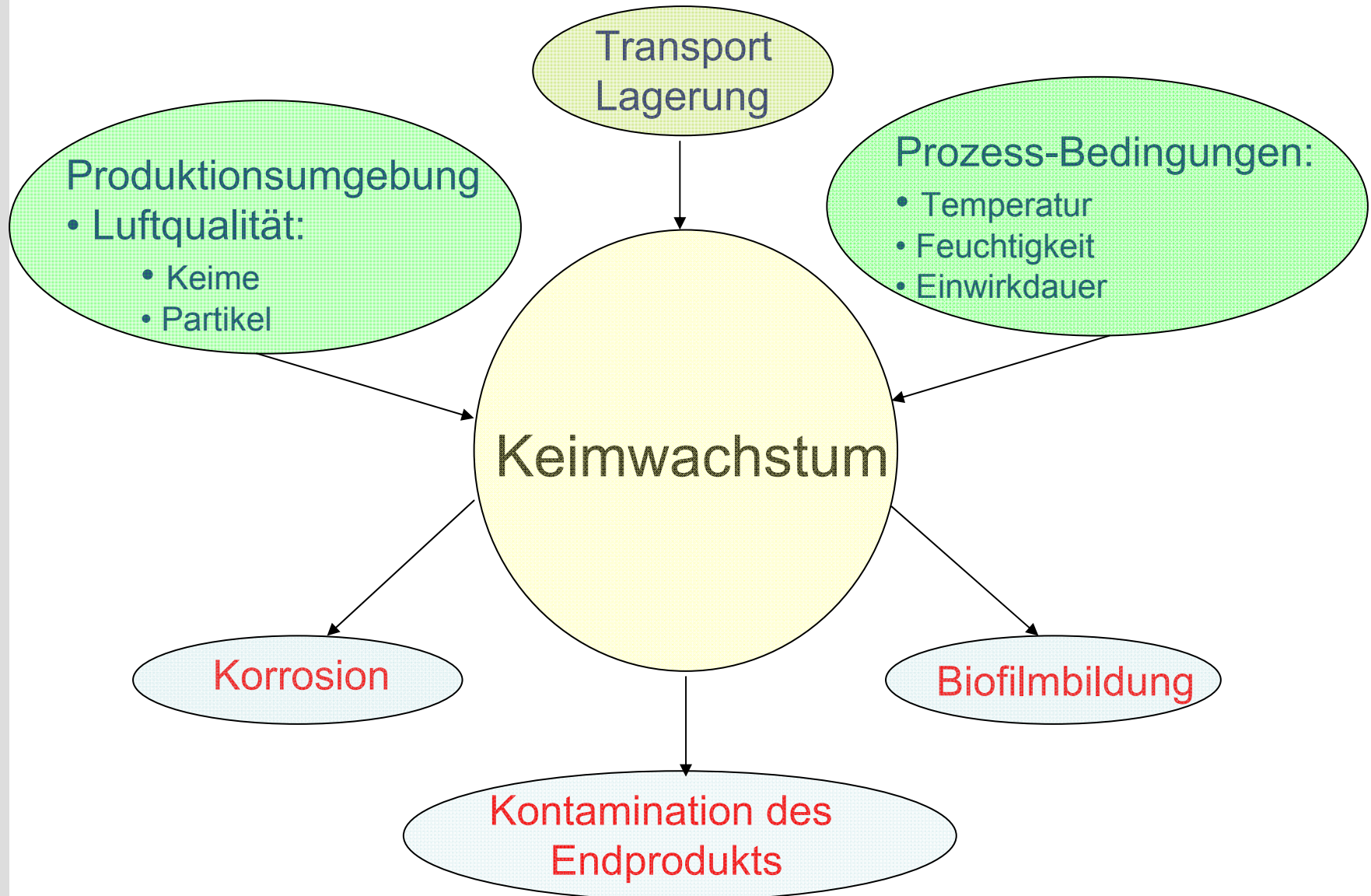
Screening-Methode (halbquantitativ)

- SML-Screen: Migrationsansatz entsprechend den realen Bedingungen, Analyse des Migrats, Ermittlung der Substanzen über Spektrenbibliothek, Quantifizierung über ISTD
- Material-Screen: Bedarfsgegenstand wird klein geschnitten und per HS-GC analysiert (sinnvoll, um Produktionsschwankungen zu erkennen)

Vorteile

- Überblick über die meisten enthaltenen Substanzen
- Simultane Bestimmung der Inhaltsstoffe
- Schnelle Einschätzung, ob Grenzwerte eingehalten werden
- Möglichkeit, die gefundenen Substanzen mittels Einzelmethode zu bestimmen

**Mikrobiolog.
Methoden**



Lebensmittel-Basis-VO (EG) 178/2002
Art. 14, 16

Lebensmittel-Hygiene-VO (EG) 852/2004
Anhang I

„Verpackungen dürfen keine Kontaminationsquellen für Lebensmittel darstellen“

- **Gesamtverantwortung für die Lebensmittelhygiene liegt beim Lebensmittel-Hersteller**
- **Entlang der Wertschöpfungskette: Sicherstellung eines „keimarmen“ Zustands der Verpackung**
- **Beurteilung: anhand einheitlicher und anerkannter Richtwerte**

IVLV

- „Richtwerte für Folien und Behälter aus nichtsaugfähigen Materialien“ (Teil I; 2004)
- „Richtwerte für Verpackungsbehälter aus Glas und Kunststoffen“ (Teil II; 2009)
- „Richtwerte für Verbundmaterialien auf Basis von Papier und Karton“ (Teil III; 2008)

IDF

- Bulletin 300/1995 - Technical guide for the packaging of milk and milk Products – Third edition

FDA-Standards

Butter-VO

- Buttereinwickler müssen der DIN 10082 entsprechen (inkl. mikrobiolog. Grenzwerten)

Beispiele aus der Molkereiindustrie

Packmittel	Parameter	Richtwert	Grundlage	Methodenbeispiel
Folien	GKZ Hefen/Schimmel Enterobacteriaceae	≤ 2 KBE/100cm ² ≤ 1 KBE/100cm ² n.n. /100cm ²	IVLV-Empfehlung	Guß- oder Abklatschverfahren
Becher, Schalen ≤ 500 ml	GKZ Hefen/Schimmel Enterobacteriaceae	≤ 10 KBE/100ml ≤ 1 KBE/100ml n.n. /100ml	IVLV-Empfehlung	Spülmethode
Einwegbehälter für Milch	GKZ (Behälter >100 ml) Coliforme	≤ 50 KBE/100ml n.n. /100ml	IDF-technical Guide FDA-Standard	Spülmethode

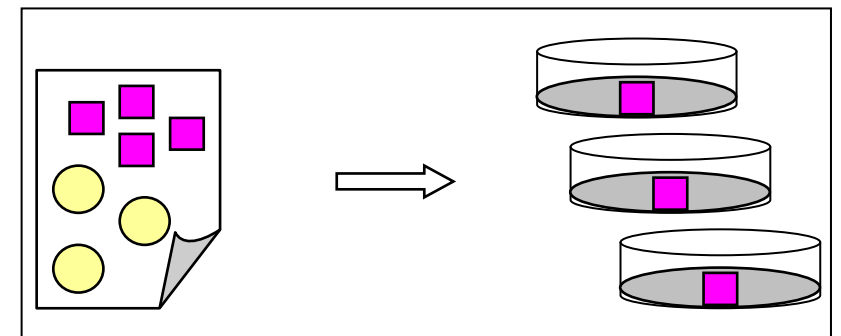
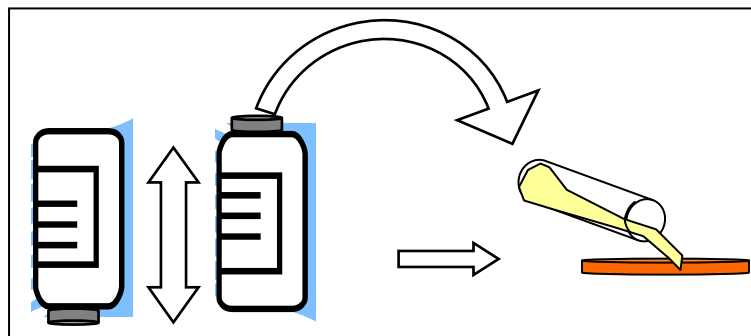
Untersuchungsmethoden

ILV-Merkblätter, z.B.

- Nr. 15: vorgefertigte Verpackungen
- Nr. 19: Flaschen und vergleichbare enghalsige Behälter
- Nr. 21: nicht saugfähige Packstoffe
- etc.

Prinzip

- Beschichten mit Nährboden (transparente Behälter, Folien)
- Wischermethode (alle Arten)
- Membranfiltrieren (Behälter)
- Einbringen in Spüllösung (alle Arten; außen + innen)
- Abklatschverfahren (v.a. Folien oder Behälter außen)

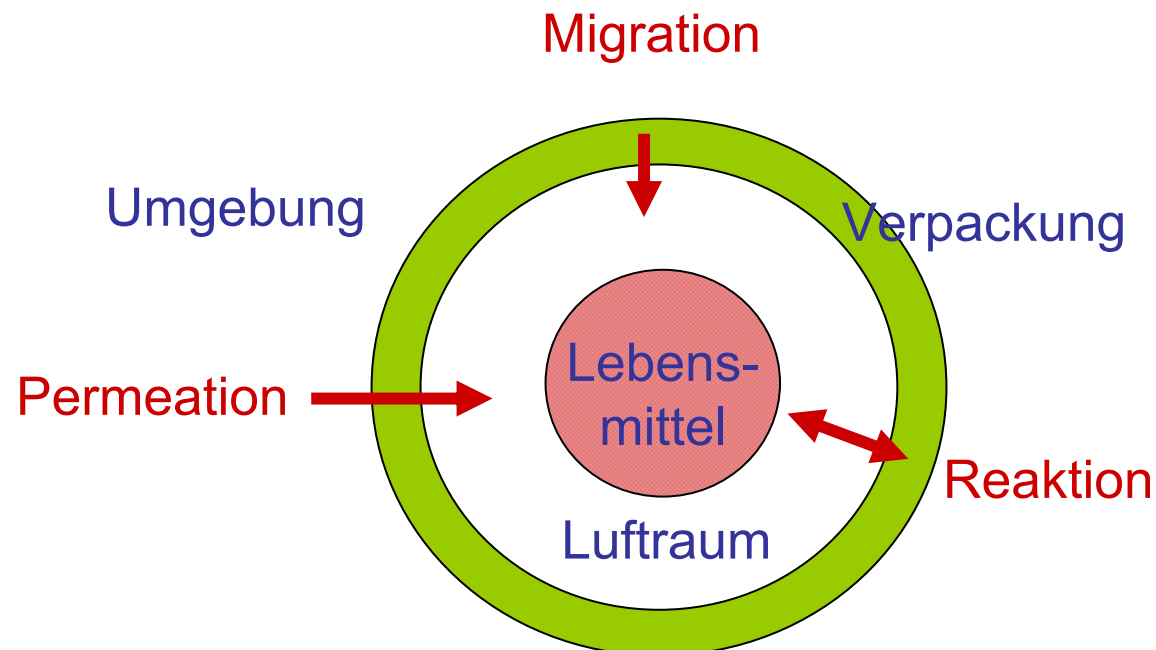


Sensorische Parameter Sensorische Störstoffe...

... migrieren

... permeieren

... entstehen durch Reaktionen



Packstoffsensoren – Methodenauswahl

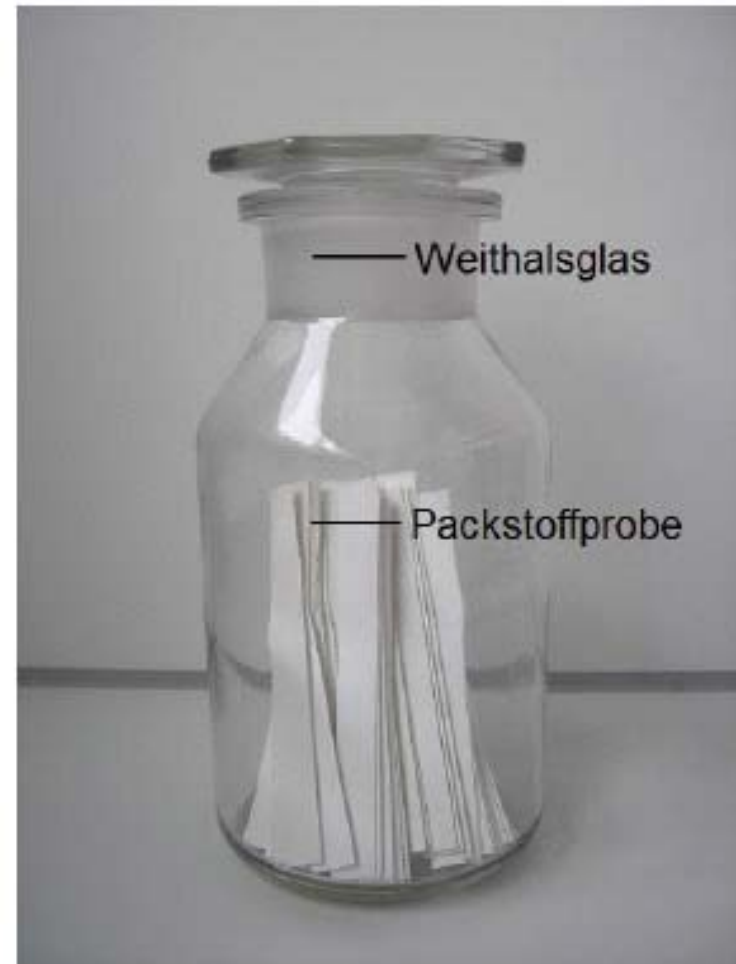
Folgende Normen können als Grundlage für eine sensorische Prüfung von Packstoffen und Packmitteln dienen:

- **DIN EN 1230-1** (2010-02)
Papier und Pappe vorgesehen für den Kontakt mit Lebensmitteln – Sensorische Analyse – Teil 1: Geruch
- **DIN EN 1230-2** (2010-02)
Papier und Pappe vorgesehen für den Kontakt mit Lebensmitteln – Sensorische Analyse – Teil 1: Geschmacksübertragung
- **DIN 10955** (2004-06)
Sensorische Prüfung – Prüfung von Packstoffen und Packmitteln für Lebensmittel
- **DIN 55534** (2006-08)
Prüfung des Geschmacksübergangs von Packstoffen und Packmitteln durch den Luftraum mit der Prüfsubstanz Wasser (Orientierung an DIN 10955)

GERUCHSPRÜFUNG

Probenvorbereitung:

6 dm² eines repräsentativen Stückes Prüfmaterial wird bei Raumtemperatur in einem Weithalsglas für 20 bis 24 Stunden gelagert.



Geruchsprüfung

Glasgefäß schütteln, unmittelbar nach dem Öffnen riechen
Intensität des wahrgenommenen Geruchs anhand folgender Skala bewerten.
Vergabe von ganzen oder halben Zahlen möglich:

0	kein wahrnehmbarer Geruch
1	Geruch gerade eben wahrnehmbar (noch schwierig zu bestimmen)
2	mäßiger Geruch (Beschreibung)
3	mittelmäßig starker Geruch
4	starker Geruch

Bevor das Glas erneut geöffnet wird, müssen 2 Minuten vergangen sein

PRÜFUNG AUF GESCHMACKSÜBERTRAGUNG

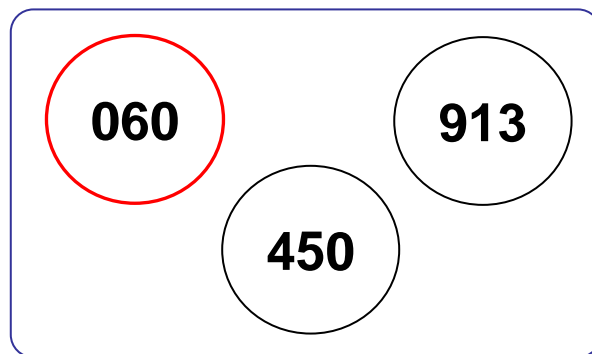
Probenvorbereitung

Prüfmateriale (Originallebensmittel oder Prüflebensmittel) wird mit einer Prüfsubstanz in einem Glasgefäß für 44 bis 48 Std. bei Raumtemperatur gelagert



**Sensorische
Methoden**

Geschmacksübertragung: erweiterte Dreiecksprüfung



Aus drei Prüfproben sind zwei identisch und eine abweichend. Die abweichende Probe soll bestimmt werden.

Intensität der Geschmacksübertragung der abweichenden Probe anhand folgender Skala bewerten. Die Vergabe von halben Punkten ist zulässig:

0	kein wahrnehmbarer Geschmacksübertragung
1	Geschmacksübertragung gerade eben wahrnehmbar (noch schwierig zu definieren)
2	mäßiger Geschmacksübertragung (Beschreibung)
3	mittelmäßig starker Geschmacksübertragung
4	starker Geschmacksübertragung

Zusammenfassung

Qualitätsparameter

- **Chemische Parameter (Migration)**
 - Globalmigration
 - Spezifische Migration
- **Mikrobiologische Parameter**
 - Gesamtkeimzahl
 - Hefen
 - Schimmelpilze
 - Enterobacteriaceae
- **Sensorische Parameter**
 - Geruchsübergang
 - Geschmacksübergang

**Konformitäts-
erklärung**

Zusammenfassung

Konformitätserklärung

Material:
Mehrschichtfolie zur
Verpackung von Käse,
Art.-Nr. 001706

Muster-Konformitätserklärung

1. Anschrift des Herstellers / Importeurs: Folienhersteller
Industriestraße 1
88888 Musterstadt

2. Produktbezeichnung: Mehrschichtfolie zur Verpackung von Käse, Art.-Nr. 001706

Folienaufbau:

Schicht	Nr.	Material	Bezeichnung	Schichtdicke
außen	1	PET	PET-10-52	10 µm
	2	Haftvermittler	HV-01	4 µm
	3	Aluminium	Al-08-46	8 µm
	4	Haftvermittler	HV-02	4 µm
innen	5	PE	PE-50-13	50 µm

3. Datum der Erklärung: 01.01.2009

4. Bestätigung: Hiermit bestätigen wir, dass das oben genannte Produkt den Vorschriften der Verordnung 1935/2004/EG, der Richtlinie 2002/72/EG und des LFGB in ihrer jeweils gültigen Fassung entsprechen.

5. Information zu eingesetzten Stoffen:

a) SML- /QM-Substanzen: Die durch die Richtlinie 2002/72/EG vorgeschriebenen spezifischen Migrationsgrenzwerte (SML) und / oder höchstzulässigen Restgehalte (QM) werden eingehalten.
Es handelt sich dabei um folgende Substanzen (Monomere / Additive):

Substanz-Name	Schicht-Nr.	CAS-Nr.	PM Ref.	SML / QM
Terephthalsäure	1	100-21-0	24910	7,5 mg/kg
Antimontrioxid	1	1309-64-4	35780	0,04 mg/kg
Monoethylenglycol	1	107-21-1	18990	SML (T): 30 mg/kg
Diethylenglycol	1	111-46-6	15760	
Diphenylmethan-	2/4	101-68-8	16630	QM(T):

Vielen Dank für Ihre Aufmerksamkeit!

Katrin Beckmann

Ignaz-Kiechle-Straße 20-22

87437 Kempten

Fon +49 (0) 831/5290-383

Fax +49 (0) 831/5290-199

E-Mail katrin.beckmann@muva.de