

# GIDA İLE TEMAS EDEN PLASTİK ESASLI MADDELERDE SPESİFİK MİGRASYON TESTLERİ ve UYGULAMA ÖRNEKLERİ



**Yüksek Kimyager Müjde BİLGİN**  
Satış Mühendisi  
ANT TEKNİK CİHAZLAR

**G**ıda maddelerinin tüketicilere fiziksel, kimyasal ve mikrobiyolojik etkilerden korunmuş olarak sunulmasında önemli yer tutan gıda ambalajlarının üretimi, tüketici sağlığı açısından tüm dünyada dikkatle takip edilmekte ve denetlenmektedir. Ülkemizde de Türk Gıda Kodeksi "Gıda ile Temas Eden Madde ve Malzemeler Yönetmeliği" kapsamında ele alınan gıda ambalajlarının üretimi, işlenmesi ve kullanımı için düzenlemeler yapılmıştır. Gıda ile temas eden plastik, metal, cam ve kağıt esaslı malzemelerde uçucu madde, toplam ve spesifik migrasyon, ağır metal, yapı tanımlaması, termal kararlılık ve uçucu madde analizleri vb. testleri gerçekleştirilmektedir. Bu analizlerde kromatografi, spektroskopi ve kütle spektrometri gibi farklı analitik teknikler bir arada kullanılmaktadır. Gıda ile temas eden tüm malzemelerin içeriğinde bulunan bileşenlerin ve safsızlıkların gıda ile birlikte vücuda geçişi söz konusudur. Bu nedenle gıdaların hammaddeden tüketime, üretim,



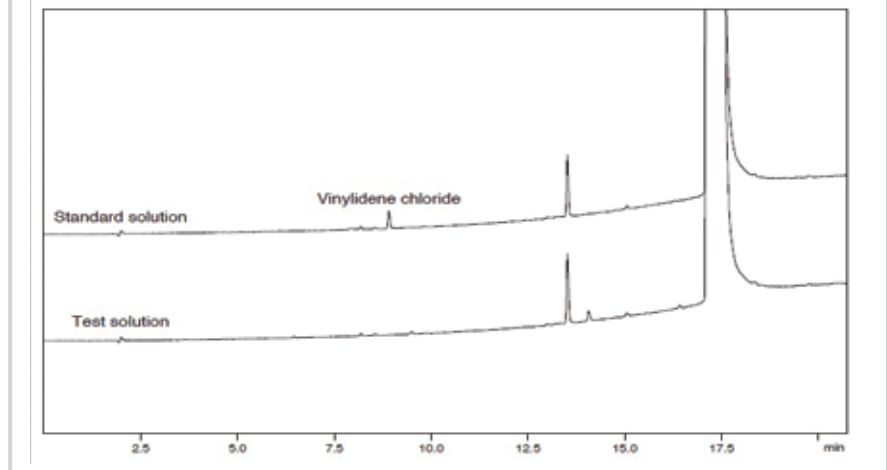
**Şekil 1.2.** Shimadzu GC-2010 Plus Gaz Kromatografi Sistemi (HS-20 Headspace ile birlikte)

taşımaya, depolamaya vb. tüm aşamalarda temas ettiği ekipman, taşıyıcı ve ambalaj malzemeleri spesifik migrasyon ve içerik testlerine tabi tutulmaktadır. Tablo 1 farklı türlerdeki ekipman ve ambalaj malzeme testlerinde gerçekleştirilen analizlere ait hedef bileşik ve analitik cihazları göstermektedir. Bu yazıda ise, gıdalla temas eden plastik esaslı madde ve malzemelerde Viniliden Klorür ile Trietilamin ve Tribütülinin analizlerine yönelik Gaz Kromatografi (GC) uygulama örneklerine yer verilecektir.

## 1. Poliviniliden Klorür Esaslı Plastiklerde Viniliden Klorür Analizi

Poliviniliden klorür transparan, suya karşı dayanımı, kimyasal dayanımı ve gaz bariyer özellikleri son derece iyi ve 140oC ile 170oC arasında sıcaklıklara dayanıklı bir polimerdir. Evlerde gıda ürünlerinin saklanması için ürünün etrafına sarılan streç film olarak kullanılmasının yanı sıra yüksek sıcaklıklara ısıtılan gıdaların ambalajı olarak da kullanılmaktadır. Viniliden klorür poliviniliden klorürün bir monomeridir ve bu maddenin ağıza uzun

**Şekil 1.1** Viniliden Klorür Standart ve Test Çözümlerine Ait Kromatogramlar



sürekli temas halinde karaciğer ve böbrek üzerinde olumsuz etkiler görülebilmektedir. Vinilidenin gıdalarda ortaya çıkabilme ihtimali nedeniyle poliviniliden klorür içeren ambalajların test edilmesi gerekli görülmektedir. Şekil 1.1’de poliviniliden klorürün temel hammadde olduğu plastik malzemede bulunan viniliden klorürün analizi görülmektedir.

Bileşiğin analizinde GC-FID ve headspace yöntemi, GC kolonu olarak PLOT kolon kullanılmaktadır. Ürünün testi geçebilmesi için test çözeltisindeki viniliden klorür pikinin standart çözeltiden daha küçük bir peak alanına sahip olması gerekmektedir. Bu örnekteki test çözeltisi de referans değerini altında bir peak alanı göstermektedir.

## 2. Polikarbonat Esaslı Plastiklerde Trietil amin ve Tribütül amin Analizi

Polikarbonat mükemmel mekanik dayanıma sahip, özellikle darbelere ve ısıya dayanıklı transparan bir plastik malzemedir. Bu malzeme gıda endüstrisinde biberonlar, kurdanlar, kupalar ve kahve makineleri gibi bir çok üründe kullanılmaktadır.

Bisfenol A (BPA), difenil karbonat, aminler (trietilamin ve tribütülamin) vb. spesifik polikarbonat bileşenlerinin test edilmesi için standartlar oluşturulmuştur. Bu uygulamada polikarbonat esaslı plastiklerdeki iki önemli bileşen olan amin grubu iki bileşiğin (trietil amin ve tribütül amin) analizine yer verilmektedir.

Test metodu, polikarbonatın çözünmesi ve mevcut trietil amin ve tribütül amin kalıntılarının ekstrakte edilmesi adımlarını içermektedir. Bu bileşiklerin ölçümü GC-FTD ile gerçekleştirilmektedir. Ölçüm sonucu ile örnekteki toplam trietil amin ve tribütül amin içeriğinin 1 µg/g’den daha yüksek olmadığı doğrulanmasını hedeflenmektedir.

### Kalibrasyon Eğrileri

Diklorometan içinde 0.1mg/mL’lik trietil amin ve tribütül amin stok çözeltisi hazırlanmıştır. Seyreltme ile stok çözeltisinin 0.2, 0.4, 0.6, 0.8 ve 1.0 ug/mL’lik standart çözeltileri hazırlanmıştır.

### Standart Çözelti ve Örnek Çözeltinin Analizi

Trietil amin ve tribütül amin standart çözeltisine (0.2 ug/mL) ve örneğin test çözeltisine ait kromatogramlar Şekil 2.3’te gösterilmektedir. Test çözeltisinin kromatogramında trietil amin tespit edilmiş olsa da, içeriği belirlenen standart değerinin üçte birinin de altında olarak ölçülmüştür.

Tablo 1. Hedef Analitler ve Analitik Cihazlar

Gıda ile Temas Eden Malzeme	Genel/Spesifik Standart	Hedef Analit Malzemeler	Analitik Cihazlar
Cam, seramik ve melamin	-	Cd, Pb	AA/ICP
Metal kutular	-	Cd, Pb	AA/ICP
		Fenol	
		Epiklorohidrin	
		Vinil klorür	
Kauçuk	Genel standart	Cd, Pb, Zn	AA/ICP
		Fenol	UV-VIS
	Kauçuk biberon emzikleri	Cd, Pb, Zn	AA/ICP
		Fenol	UV-VIS
Plastik	Genel standart	Cd, Pb, Zn	AA/ICP
	Fenol plastik Melamin plastik	Fenol	UV-VIS
	Polivinil klorür	Dibütülin bileşikleri	GC/MS
		Kresol fosfat esterleri	HPLC
		Vinil klorür	GC
	Polisitren	Uçucu maddeler (5 tip)	GC, GC/MS
	Polivinilidin klorür	Viniliden klorür	GC
		Ba	AA/ICP
	Poliyeten tereftalat	Sb, Ge	AA/ICP
	Polimetilmetakrilat	Metil metakrilat	GC
	Naylon	Kaprolaktam	GC
	Polikarbonat	Aminler	GC
	Polilaktat	Bisfenol A, difenil karbonat	HPLC
	Polilaktat	Toplam laktat	HPLC

Tablo 2. Analitik Koşullar (Viniliden Klorür Analizi)

Model	Shimadzu GC-2010 Plus AF ve HS-20
Kolon	PLOT (25m x 0.25 mm x 3 µm)
Kolon Sıcaklığı	80 °C (1 dk) – 10 °C / dk – 250 °C (10 dk)
Enjeksiyon Sıcaklığı	200 °C
Taşıyıcı Gaz	He 30 cm/sn
Dedektör	FID
Dedektör Sıcaklığı	250 °C
Enjeksiyon Hacmi	0.5 mL

**Tablo 3:** Analitik Koşullar (Trietil Amin ve Tribütül Amin Analizi)

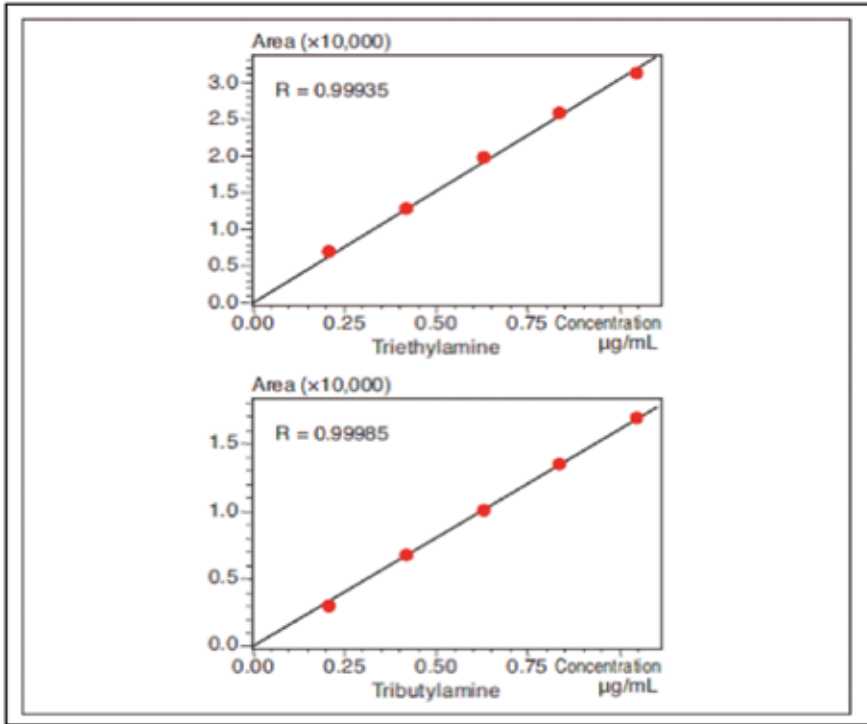
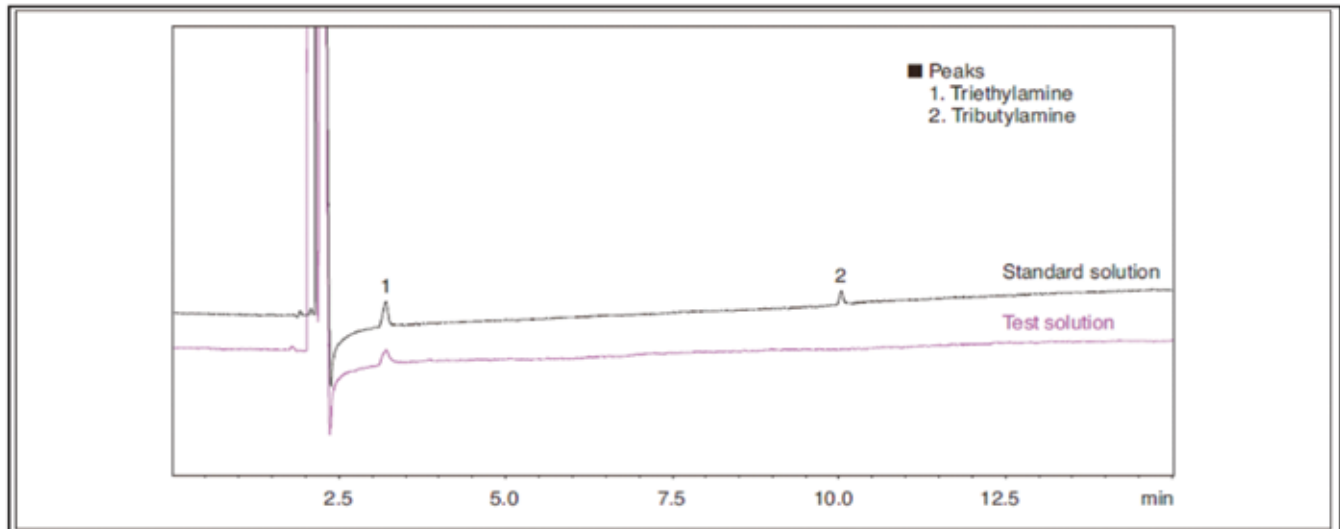
Model	Shimadzu GC-2010 Plus AF + FTD ve HS-20
Kolon	Rtx-1 (30m x 0.32 mm x 5 µm)
Kolon Sıcaklığı	150 °C (5 dk) - 20 °C / dk - 250 °C (5 dk)
Enjeksiyon Sıcaklığı	200 °C
Taşıyıcı Gaz	He 32.5 cm/sn (Sabit Lineer Hız Modu)
Dedektör	FTD
Dedektör Sıcaklığı	250 °C
Enjeksiyon Hacmi	1.0 uL (Split: 1:15)

## REFERANSLAR

1. Shimadzu Corporation GC Uygulama Notu No. G271a
2. Shimadzu Corporation GC Uygulama Notu No. G274
3. Shimadzu Corporation UV Uygulama Notu No. G429
4. Türk Gıda Kodeksi Gıda ile Temas Eden Madde ve Malzemeler Yönetmeliği

## ANT TEKNİK HAKKINDA

Ant Teknik, kuruluş yılı olan 1999'dan bu yana Kalite Kontrol ve Ar-Ge laboratuvarlarına yönelik analitik cihaz ve yedek parça satışı; servis, validasyon, aplikasyon ve eğitim hizmetleri sunuyor; anahtar teslim laboratuvar projeleri gerçekleştiriyor. İstanbul, Ankara, İzmir ve Bakü'deki ofisleri; 90'ın üzerinde çalışanı ve bölgesel bayileriyle gıda, çevre, ilaç ve kimya gibi birçok farklı alanda yenilikçi analitik çözümler sunuyor. Konularında dünyanın en saygın üreticileri arasında yer alan Shimadzu Corporation, Kratos, Rudolph Research, JeioTech, Hitachi, Restek, GLSciences ve AccuStandard gibi firmaları Türkiye'de temsil eden Ant Teknik; analitik ve laboratuvar cihazlarının yanı sıra kromatografi ve spektroskopi sarf malzemeleri de tedarik ediyor. Ant Teknik gıda çözümleri ile ilgili daha ayrıntılı bilgi için [www.antteknik.com](http://www.antteknik.com) adresini ziyaret edebilirsiniz.

**Şekil 2.2** Trietil amin ve Tribütül amin Kalibrasyon Eğrileri (0.2 - 1.0 ug/mL)**Şekil 2.3** Trietil amin ve Tribütül amin standart çözeltileri (0.2 ug/mL) ve Test çözeltilisine ait kromatogramlar