

Werkstoffe und Gegenstände in Kontakt mit Lebensmitteln — Kunststoffe
Teil 2: Prüfverfahren für die Gesamtmigration in Olivenöl durch völliges Eintauchen
Deutsche Fassung EN 1186-2:2002

DIN
EN 1186-2

ICS 67.250

Ersatz für
DIN V ENV 1186-2:1994-08

Materials and articles in contact with foodstuffs — Plastics —
Part 2: Test methods for overall migration into olive oil by total immersion;
German version EN 1186-2:2002

Matériaux et objets en contact avec les denrées alimentaires — Matières
plastiques —
Partie 2: Méthodes d'essai pour la migration globale dans l'huile d'olive
par immersion totale;
Version allemande EN 1186-2:2002

Die Europäische Norm EN 1186-2:2002 hat den Status einer Deutschen Norm.

Nationales Vorwort

Diese Europäische Norm wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 194 „Bedarfsgegenstände in Kontakt mit Lebensmitteln“ unter intensiver deutscher Mitarbeit ausgearbeitet. Für die deutsche Mitarbeit ist der Arbeitsausschuss NMP 893 „Bedarfsgegenstände aus Kunststoff in Kontakt mit Lebensmitteln — Prüfung der Migration aus Kunststoffen“ des Normenausschusses Materialprüfung (NMP) verantwortlich.

Für die in Abschnitt 2 zitierten Internationalen Normen wird im Folgenden auf die entsprechenden Deutschen Normen hingewiesen.

ISO 648 siehe DIN 12690

Änderungen

Gegenüber DIN V ENV 1186-2:1994-08 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) Vornorm-Status aufgehoben und redaktionell überarbeitet.
- b) Anhang D (Karl-Fischer-Titration) und Anhang F (Präzisionsdaten) ergänzt.
- c) Anhang ZA ergänzt.

Frühere Ausgaben

DIN V ENV 1186-2: 1994-08

Fortsetzung Seite 2
und 31 Seiten EN

Normenausschuss Materialprüfung NMP im DIN Deutsches Institut für Normung e. V.

Nationaler Anhang NA
(informativ)

Literaturhinweise in nationalen Zusätzen

DIN 12690, *Laborgeräte aus Glas — Vollpipette mit einer Marke, Klasse A und Klasse B.*

Deutsche Fassung

Werkstoffe und Gegenstände in Kontakt mit Lebensmitteln — Kunststoffe
Teil 2: Prüfverfahren für die Gesamtmigration in Olivenöl durch völliges Eintauchen

Materials and articles in contact with
foodstuffs — Plastics —
Part 2: Test methods for overall migration into olive oil by
total immersion

Matériaux et objets en contact avec les denrées
alimentaires — Matière plastique —
Partie 2: Méthodes d'essai pour la migration globale dans
l'huile d'olive par immersion totale

Diese Europäische Norm wurde vom CEN am 4. Januar 2002 angenommen.

Die CEN-Mitglieder sind gehalten, die CEN/CENELEC-Geschäftsordnung zu erfüllen, in der die Bedingungen festgelegt sind, unter denen dieser Europäischen Norm ohne jede Änderung der Status einer nationalen Norm zu geben ist. Auf dem letzten Stand befindliche Listen dieser nationalen Normen mit ihren bibliographischen Angaben sind beim Management-Zentrum oder bei jedem CEN-Mitglied auf Anfrage erhältlich.

Diese Europäische Norm besteht in drei offiziellen Fassungen (Deutsch, Englisch, Französisch). Eine Fassung in einer anderen Sprache, die von einem CEN-Mitglied in eigener Verantwortung durch Übersetzung in seine Landessprache gemacht und dem Management-Zentrum mitgeteilt worden ist, hat den gleichen Status wie die offiziellen Fassungen.

CEN-Mitglieder sind die nationalen Normungsinstitute von Belgien, Dänemark, Deutschland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Luxemburg, Malta, Niederlande, Norwegen, Österreich, Portugal, Schweden, Schweiz, Spanien, der Tschechischen Republik und dem Vereinigten Königreich.



EUROPÄISCHES KOMITEE FÜR NORMUNG
EUROPEAN COMMITTEE FOR STANDARDIZATION
COMITÉ EUROPÉEN DE NORMALISATION

Management-Zentrum: rue de Stassart, 36 B-1050 Brüssel

Inhalt

	Seite
Vorwort	3
1 Anwendungsbereich	4
2 Normative Verweisungen	4
3 Kurzbeschreibung	4
4 Reagenzien	5
5 Prüfeinrichtungen	6
6 Vorbereitung der Prüfmuster	8
7 Durchführung	10
8 Angabe der Ergebnisse	16
9 Prüfbericht	18
Anhang A (normativ) Bestimmung der Brauchbarkeit von Olivenöl als Simulanzlösemittel für fetthaltige Lebensmittel und von Triheptadecanoat als interner Standard.	19
Anhang B (normativ) Bestimmung der Notwendigkeit der Probenkonditionierung	21
Anhang C (normativ) Bestimmung der Notwendigkeit der Probenkonditionierung und Bestimmung der Masse von feuchtigkeitsempfindlichen Prüfmustern durch Vakuumtrocknung	22
Anhang D (normativ) Bestimmung der Veränderung des Feuchtigkeitsgehaltes von Prüfmustern durch Messung des Wasserüberganges in oder aus Olivenöl durch Karl-Fischer-Titration	23
Anhang E (informativ) Typische Chromatogramme und Kalibrierkurven	25
Anhang F (informativ) Präzisionsdaten	28
Anhang ZA (informativ) Beziehungen dieser Europäischen Norm zur Richtlinie des Rates 89/109/EWG und zur Richtlinie der Kommission 90/128/EWG und einschlägigen Richtlinien	29
Literaturhinweise	31

Vorwort

Dieses Dokument EN 1186-2:2002 wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 194 „Bedarfsgegenstände in Kontakt mit Lebensmitteln“ erarbeitet.

Dieses Europäische Dokument muss den Status einer nationalen Norm erhalten, entweder durch Veröffentlichung eines identischen Textes oder durch Anerkennung bis Oktober 2002, und etwaige entgegenstehende nationale Normen müssen bis Oktober 2002 zurückgezogen werden.

Dieses Dokument ersetzt ENV 1186-2:1994.

Diese Europäische Norm gehört zu einer Reihe von Prüfmethoden für Werkstoffe und Gegenstände aus Kunststoff in Kontakt mit Lebensmitteln.

Dieses Dokument wurde unter einem Mandat erarbeitet, das die Europäische Kommission und die Europäische Freihandelszone dem CEN erteilt haben, und unterstützt grundlegende Anforderungen der EU-Richtlinien.

Zusammenhang mit EU-Richtlinien siehe informativen Anhang ZA, der integraler Bestandteil dieser Norm ist.

Zur Zeit der Vorbereitung und Veröffentlichung dieser Norm ist die Gesetzgebung der Europäischen Union betreffend Material und Gegenstände aus Kunststoff, die bestimmungsgemäß mit Lebensmitteln in Berührung gebracht werden, noch unvollständig. Weitere Richtlinien und Ergänzungen sind zu erwarten, durch die die gesetzlichen Anforderungen, die dieser Norm zugrunde liegen, verändert werden könnten. Es wird deshalb dringend geraten, dass sich die Anwender dieser Norm auf die jeweils neueste Fassung der einschlägigen Richtlinie(n) beziehen, bevor etwaige Untersuchungen gemäß den Vorschriften dieser Norm durchgeführt werden.

EN 1186-2 sollte in Verbindung mit EN 1186-1 gelesen werden.

Weitere Teile dieser Norm betreffend die Gesamtmigration von Werkstoffe und Gegenständen aus Kunststoffen in Prüflebensmittel sind erarbeitet.

Ihre Titel lauten wie folgt:

EN 1186, Werkstoffe und Gegenstände in Kontakt mit Lebensmitteln — Kunststoffe —

- Teil 1 Leitfaden für die Auswahl der Prüfbedingungen und Prüfmethoden für die Gesamtmigration
- Teil 3 Prüfverfahren für die Gesamtmigration durch völliges Eintauchen in wässrige Prüflebensmittel durch völliges Eintauchen
- Teil 4 Prüfverfahren für die Gesamtmigration in Olivenöl mittels Zelle
- Teil 5 Prüfverfahren für die Gesamtmigration in wässrige Prüflebensmittel mittels Zelle
- Teil 6 Prüfverfahren für die Gesamtmigration in Olivenöl unter Verwendung eines Beutels
- Teil 7 Prüfverfahren für die Gesamtmigration in wässrige Prüflebensmittel unter Verwendung eines Beutels
- Teil 8 Prüfverfahren für die Gesamtmigration in Olivenöl durch Füllen des Gegenstandes
- Teil 9 Prüfverfahren für die Gesamtmigration in wässrige Prüflebensmittel durch Füllen des Gegenstandes
- Teil 10 Prüfverfahren für die Gesamtmigration in Olivenöl (modifiziertes Verfahren für die Anwendung bei unvollständiger Extraktion des Olivenöls)
- Teil 11 Prüfverfahren für die Gesamtmigration in Mischungen aus ¹⁴C-markierten synthetischen Triglyceriden
- Teil 12 Prüfverfahren für die Gesamtmigration bei tiefen Temperaturen
- Teil 13 Prüfverfahren für die Gesamtmigration bei hohen Temperaturen
- Teil 14 Prüfverfahren für „Ersatzprüfungen“ für die Bestimmung der Gesamtmigration aus Kunststoffen, die für den Kontakt mit fettigen Lebensmitteln bestimmt sind, unter Verwendung von Iso-Octan und 95 %igem Ethanol
- Teil 15 Alternative Prüfverfahren zur Bestimmung der Migration in fettige Prüflebensmittel durch Schnellextraktion in Iso-octan und/oder 95 %iges Ethanol

Die Anhänge A, B, C und D dieser Norm sind, soweit anwendbar, normativ. Die Anhänge E und F sind informativ.

Entsprechend der CEN/CENELEC-Geschäftsordnung sind die nationalen Normungsinstitute der folgenden Länder gehalten, diese Europäische Norm zu übernehmen: Belgien, Dänemark, Deutschland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Luxemburg, Niederlande, Norwegen, Österreich, Portugal, Schweden, Schweiz, Spanien, die Tschechische Republik und das Vereinigte Königreich.

1 Anwendungsbereich

Dieser Teil der Europäischen Norm beschreibt Prüfverfahren zur Bestimmung der Gesamtmigration aus Werkstoffen und Gegenständen aus Kunststoff in fettige Prüflebensmittel durch völliges Eintauchen der Prüfmuster in ein fettiges Prüflebensmittel bei Temperaturen über 20 °C bis zu (jedoch nicht einschließlich) 100 °C während bestimmter Zeiten.

Dieses Verfahren ist bestens geeignet für Kunststoffe in Form von Folien und Platten, kann aber auch angewendet werden für einen weiten Bereich von Gegenständen und Behältern, aus denen Prüfabschnitte geeigneter Größe geschnitten werden können.

ANMERKUNG Dieses Prüfverfahren wurde beschrieben für die Verwendung von Olivenöl als fettiges Prüflebensmittel. Das Prüfverfahren kann mit entsprechender Modifikation auch mit „anderen fettigen Prüflebensmitteln“ angewendet werden, der sogenannten Simulanz D — einer synthetischen Mischung von Triglyceriden, Sonnenblumenöl und Maiskeimöl. Diese anderen fettigen Prüflebensmittel ergeben für ihre Methylester andere Chromatogramme als für die Methylester von Olivenöl. Aus den Chromatogrammen der Methylester der anderen fettigen Prüflebensmittel werden geeignete Peaks zur quantitativen Bestimmung der aus dem Prüfmuster extrahierten Simulanz ausgewählt.

Das beschriebene Prüfverfahren kann auf die meisten Kunststoffsorten angewendet werden. Es gibt jedoch einige Kunststoffe, von denen bekannt ist, dass es nicht angewendet werden kann.

2 Normative Verweisungen

Diese Europäische Norm enthält durch datierte oder undatierte Verweisungen Festlegungen aus anderen Publikationen. Diese normativen Verweisungen sind an den jeweiligen Stellen im Text zitiert, und die Publikationen sind nachstehend aufgeführt. Bei datierten Verweisungen gehören spätere Änderungen oder Überarbeitungen nur zu dieser Europäischen Norm, falls sie durch Änderung oder Überarbeitung eingearbeitet sind. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe der in Bezug genommenen Publikation (einschließlich Änderungen).

EN 1186-1:2002, *Werkstoffe und Gegenstände in Kontakt mit Lebensmitteln — Kunststoffe — Teil 1: Leitfaden für die Auswahl der Prüfbedingungen und Prüfverfahren für die Gesamtmigration.*

EN 10088, *Nichtrostende Stähle.*

EN ISO 8442-2:1997, *Werkstoffe und Gegenstände in Kontakt mit Lebensmitteln — Schneidwaren und Tafelgeräte — Teil 2: Anforderungen für versilberte und nichtrostende Essbestecke (ISO 8442-2:1997).*

ISO 648, *Laboratory glassware — One mark pipettes.*

ISO 4788, *Laboratory glassware — Graduated measuring cylinders.*

3 Kurzbeschreibung

Die Gesamtmigration aus einer Probe des Kunststoffes wird bestimmt als Masseverlust je Flächeneinheit, die für den Kontakt mit Lebensmitteln bestimmt ist.

Die Auswahl der Prüfbedingungen wird bestimmt durch die Bedingungen der Verwendung, siehe Abschnitte 4, 5 und 6 von EN 1186-1:2002.

Die Prüfmuster bekannter Masse werden für die Dauer der Prüfzeit bei Temperaturen von über 20°C bis zu 100°C völlig in Olivenöl eingetaucht, sodann aus dem Olivenöl herausgenommen, durch Tupfen von oberflächlich anhaftendem Öl befreit und zurückgewogen.

Die Prüfmuster halten üblicherweise absorbiertes Olivenöl zurück. Dieses wird extrahiert und nach Überführen in die Methylester gaschromatographisch quantitativ bestimmt. Die Methylierung erfolgt durch Reaktion der durch Verseifen mit Kaliumhydroxid gewonnenen Fettsäuren mit Bortrifluorid/Methanolkomplex. Als interner Standard wird Triheptadecanoat vor der Extraktion des vom Prüfstück absorbierten Olivenöls zugesetzt. Dies stellt sicher, dass jede aktive oder extrahierte Komponente des Kunststoffes sowohl mit dem internen Standard als auch mit dem extrahierten Olivenöl reagiert. Der interne Standard wird dabei ebenfalls der Verseifung und Methylierung unterworfen und schafft damit einen Ausgleich bei unzureichender Verseifung und Methylierung.

Die Migration in Olivenöl wird berechnet durch Abziehen der Masse des vom Prüfmuster zurückgehaltenen Olivenöls von der Masse des Prüfmusters nach Entfernen des anhaftenden Olivenöls und Abziehen dieser Masse von der Ausgangsmasse des Prüfmusters.

Der Gesamtverlust an Masse wird ausgedrückt in Milligramm pro Quadratdezimeter der Oberfläche des Prüfmusters. Die Gesamtmigration wird angegeben als Mittelwert von mindestens drei Bestimmungen an von einander unabhängigen Prüfmustern.

Um Ungenauigkeiten zuzulassen, die bei der Durchführung auftreten können und schwierig zu erkennen sind, z. B. infolge Verunreinigung oder Verlust von Öl während der Aufarbeitungsschritte, werden vier Bestimmungen durchgeführt mit der Möglichkeit, das Ergebnis von einem Prüfmuster zu verwerfen.

Dieses Verfahren schließt Varianten ein, die bei bestimmten Kunststoffen anwendbar sind.

ANMERKUNG Vor Beginn der Migrationsprüfung sollte das Prüfmuster auf Anwesenheit von Anteilen geprüft werden, die die Bestimmung der Menge des extrahierbaren Olivenöls stören können, siehe 7.1. Wenn die Menge an Störsubstanz unzulässig ist sollte die Brauchbarkeit der anderen Simulanzlösemittel für fettreiche Lebensmittel geprüft werden, siehe Anhang A und 9.3 und 9.5 von EN 1186-1:2002. Wenn eine Störung vorliegt, die sich auf den internen Standard Triheptadecanoat auswirkt, sollte ein anderer interner Standard verwendet werden, siehe Anhang A und 9.3 von EN 1186-1:2002.

4 Reagenzien

ANMERKUNG Alle Reagenzien müssen, wenn nicht anders festgelegt, von anerkannter Analysenqualität sein.

4.1 Olivenöl, Referenz-Simulanz D, wie in 5.2 von EN 1186-1:2002 angegeben.

4.2 Extraktionslösemittel (siehe 10.1 von EN 1186-1:2002).

4.2.1 Für nichtpolare Kunststoffe wie Polyethylen und Polypropylen:

— Pentan 98 %ig, Siedepunkt 36 °C.

Für polare Kunststoffe wie Polyamid und Polyacetal:

— 95/5 volumenteiliges azeotropes Gemisch von Pentan 98 %ig und Ethanol 99 %ig.

ANMERKUNG 1 Pentan ist ein hochflüchtiges und leicht entflammables Lösemittel. Beim Umgang mit diesem Lösemittel sollte daher dafür Sorge getragen werden, dass ein Kontakt mit Zündquellen ausgeschlossen ist. Extraktionen mit diesem Lösemittel sollten nicht unbeaufsichtigt und insbesondere nicht über Nacht durchgeführt werden.

ANMERKUNG 2 Wegen des niedrigen Siedepunktes dieser Lösemittel kann es notwendig sein, gekühltes Kühlwasser zu verwenden, um unzulässige Lösemittelverluste durch den Rückflusskühler zu vermeiden.

4.2.2 Anderes geeignetes Lösemittel

ANMERKUNG 1 Bei früheren Verfahren zur Bestimmung der Gesamtmigration in Olivenöl wurde als Extraktlösemittel 1.1.2-Trichlor-trifluorethan verwendet. Aus Umweltschutzgründen sollte der Einsatz dieses Lösemittels, wenn möglich, vermieden werden, siehe 9.1 von EN 1186-1:2002. Erfahrungsgemäß werden mit diesem Lösemittel, obgleich es für die meisten Kunststoffe geeignet ist, längere Extraktionszeiten benötigt.

ANMERKUNG 2 Einige Lösemittel können nichtflüchtige Verbindungen enthalten, die nach Verseifung und Methylierung im Gaschromatogramm zu Peaks mit gleichen Retentionszeiten wie die Methylester des Olivenöls und des internen Standards Heptadecanensäuremethylester führen. Lösemittel, die solche Verbindungen enthalten, sollten vor der Verwendung destilliert werden.

4.3 Interner Standard, Triheptadecanoat (Glycerin-trimargarat) CAS No. 2438-40-6¹⁾ von einer Qualität, so dass die Produkte aus Verseifung und Methylierung keine Verbindungen enthalten, die zu nachweisbaren gaschromatographischen Peaks (siehe 9.3 von EN 1186-1) mit ähnlichen Retentionszeiten führen wie die Peaks der Methylester von Olivenöl. Hergestellt wird eine Lösung in Cyclohexan, die 2,0 mg/ml enthält.

4.4 Kaliumhydroxid-Lösung, 11,0 g/l in Methanol.

4.5 Bortrifluorid, Methanol-Komplex, etwa 150 g/l BF_3 .

4.6 n-Heptan.

4.7 Natriumsulfat.

4.7.1 Natriumsulfat, wasserfrei, Na_2SO_4 .

4.7.2 Natriumsulfat, gesättigte Lösung.

4.8 Diethylether.

4.9 Karl Fischer-Lösung, handelsübliche Zubereitung auf Basis Methanol und Chloroform, Wasserkapazität 5 mg/ml.

4.10 Karl Fischer-Titriermittel (nur für volumetrisches Gerät), handelsübliche Zubereitung, Wasserkapazität 2 mg/ml.

5 Prüfeinrichtungen

5.1 Schneidunterlage, eine saubere ebene Glas-, Metall- oder Kunststoffplatte von ausreichender Größe zur Vorbereitung von Prüfmustern, 250 mm x 250 mm ist geeignet.

5.2 Pinzette, aus rostfreiem Stahl, stumpf.

5.3 Schneidevorrichtung, Skalpell, Schere, scharfes Messer oder anderes geeignetes Gerät.

5.4 Metallschablone, $(100 \pm 0,2)$ mm x $(100 \pm 0,2)$ mm (quadratisch).

5.5 Lineal oder Schablone, (25 ± 1) mm lang.

5.6 Lineal, mit Millimeter-Einteilung genau auf 0,1 mm.

5.7 Analysenwaage, genau auf 0,1 mg.

5.8 Prüfmusterhalter, hergestellt aus rostfreiem Stahl mit kreuzförmig durch Schweißen oder Silberhartlot angebrachten Armen. Rostfreier Stahl X4 CrNi 18 10 entsprechend EN 10 088 oder eine Zusammensetzung von 17 % Chrom, 9 % Nickel, 0,04 % Kohlenstoff. Vor Erstgebrauch ist der stählerne Prüfmusterträger gründlich zu reinigen. Verwendung eines entfettenden Lösemittels und anschließendes Spülen mit verdünnter Salpetersäure haben sich bewährt.

ANMERKUNG Das Prüfverfahren wurde beschrieben für Prüfmusterträger, wie sie in Abb. C.1 von EN 1186-1:2002 dargestellt sind. Diese haben sich zur Halterung dünner Filme und plattenförmiger Prüfstücke als geeignet erwiesen. Es können jedoch auch andere Träger verwendet werden, vorausgesetzt, sie halten die Prüfstücke auseinander und stellen sicher, dass eine vollständige Benetzung mit der Simulanz stattfindet. Für starre Proben können Träger mit einem Kreuzarm verwendet werden.

1) Diese Angaben stammen aus Chemical Abstracts, herausgegeben von der American Chemical Society.  **Documents** Document Sharing Hub

5.9 Drahtgeflecht, etwa 25 mm x 100 mm große Stücke von feinem Drahtgeflecht aus rostfreiem Stahl mit einer Maschenweite von 1 mm, hat sich zum Einschieben zwischen die Prüfstücke an den Haltern als geeignet erwiesen. Vor dem ersten Gebrauch ist das Drahtgeflecht zunächst gründlich mit einem entfettenden Lösemittel und anschließend mit verdünnter Salpetersäure zu reinigen.

5.10 Konditionierungsgefäße, zur Konditionierung von Prüfmustern bei (50 ± 5) % relativer Luftfeuchte und (80 ± 5) % relativer Luftfeuchte bei (20 ± 5) °C.

ANMERKUNG Für 50 % relativer Luftfeuchte ist eine 43 % w/v Schwefelsäurelösung in Wasser, für 80 % relativer Luftfeuchte eine 27 % w/v-Lösung von Schwefelsäure in Wasser geeignet. Die Lösungen sollten frisch zubereitet werden durch Zufügen der gewogenen Menge an Säure zu einem entsprechenden Volumen von Wasser, Abkühlen auf Raumtemperatur und Auffüllen auf das erforderliche Volumen.

Es wird empfohlen, die relative Luftfeuchtigkeit und Temperatur während der Konditionierung aufrecht zu erhalten. Deshalb sollten die Konditionierungsgefäße in einem thermostatisch kontrollierten Raum oder Ofen bei einer Temperatur von etwa 20 °C aufbewahrt werden, die eingestellte Temperatur sollte um nicht mehr als ± 1 °C schwanken.

5.11 Glasgefäße, mit Schliffhals und Stopfen zur Aufnahme des Olivenöls und der Prüfmuster. Gefäße mit einem internen Durchmesser von etwa 35 mm und einer Länge ohne Schliffhals im Bereich von 100 mm bis 200 mm, siehe 7.2 von EN 1186-1:2002, haben sich als geeignet erwiesen.

5.12 Thermostatisch geregelter Ofen oder Brutschrank, mit dem die eingestellte Temperatur innerhalb der Toleranzen, die in der Tabelle B.2 von EN 1186-1:2002 festgesetzt sind, gehalten werden kann.

5.13 Filterpapier, flusenfrei

5.14 Siedeperlen

5.15 Soxhlet-Extraktoren, geeignet zur Aufnahme der Prüfstücke auf den Trägern, mit passenden 250 ml oder 500 ml Rundkolben.

ANMERKUNG Andere Extraktoren zur ausreichenden Extraktion von absorbiertem Olivenöl von den Prüfmustern können eingesetzt werden.

5.16 Wasserbad, geeignet zur Aufnahme der Kolben von den Soxhlet-Extraktoren (5.15)

5.17 Rotationsverdampfer oder Destillationsapparatur, zum Abdestillieren und Sammeln des Extraktionslösemittels

ANMERKUNG Besonders gekühltes Wasser kann erforderlich sein, um eine ausreichende Kondensation von niedrig siedendem Lösemittel zu erzielen.

5.18 Dampfbad oder Wasserbad

5.19 Langhalsrundkolben, 50 ml, mit passendem Kühler für die Herstellung der Methylester

5.20 Messzylinder, entsprechend den Mindestanforderungen nach ISO 4788, 500 ml, 250 ml, 100 ml, 25 ml, und 10 ml. Eine graduierte 10 ml-Spritze kann anstelle des 10 ml-Messzylinders verwendet werden.

5.21 Pipetten, entsprechend den Mindestanforderungen von ISO 648, 5 ml und 10 ml.

5.22 Glasperlen, mit 2 mm bis 3 mm Durchmesser oder Glasstäbe von 2 mm bis 3 mm Durchmesser und etwa 100 mm Länge (siehe 7.2 von EN 1186-1:2002).

5.23 Gaschromatograph, mit Flammenionisationsdetektor, ausgerüstet mit einer geeigneten Säule. Wenn eine polare Säule verwendet wird, müssen die Hauptpeaks von Olivenöl wie C16:0 Hexadecensäuremethylester (Methylpalmitat); C16:1, 9-Hexadecensäuremethylester (Methylpalmitoleat); C18:0, Octadecensäuremethylester (Methylstearat); C18:1, 9-Octadecensäuremethylester (Methyloleat), C18:2, 9,12-octadecadiensäuremethylester (Methylinoleat) und vom internen Standard C17:0, Heptadecensäuremethylester (Methylmargarat) Basislinientrennung aufweisen. Wahlweise kann eine nichtpolare Säule verwendet werden, die eine Basislinientrennung der Methylester von C16 und C18 und von dem internen Standard mit C17 aufweist.

ANMERKUNG Folgende Säulen haben sich als brauchbar erwiesen:

- Säule 1, polare Säule, WCOT Fused Silica, Länge 50 m, Innendurchmesser 0,25 mm, Schichtdicke 0,21 Mikrometer, Film von Cyanopropylsilikon;
- Säule 2, nicht polare Säule BP1, Länge 25 m, Innendurchmesser 0,32 mm, mit 1 Mikrometer Schichtdicke;
- Säule 3, polare Säule, rostfreier Stahl, 2 mm bis 3 mm Innendurchmesser und 2 m bis 3 m Länge, gepackt mit 10 % bis 20 % Massenanteil Polyestersuccinat auf 80 bis 100 mesh Diatomeenerde als stationärer Phase.

5.24 Reagenzgläser, mit Schliff und Stopfen und einem Volumen von etwa 10 ml zur Aufnahme der Heptanschicht, falls notwendig.

5.25 Vakuumtrockenschrank oder Vakuumexsikkator, zur Einhaltung einer Temperatur von $(60 \pm 2) ^\circ\text{C}$. Der Vakuumtrockenschrank oder Vakuumexsikkator muss mit einer Vakuumpumpe verbunden sein, die ein Vakuum von 1,3 kPa erzeugen kann. Die Vakuumpumpe sollte mit einem Zeitschalter ausgerüstet sein, um die Vakuumpumpe jeweils für 15 min stündlich in Betrieb zu setzen.

ANMERKUNG Wenn ein Vakuumtrockenschrank nicht zur Verfügung steht, kann ein Vakuumexsikkator verwendet werden, der in einen Ofen mit 60°C eingesetzt wird.

5.26 Exsikkator, mit selbstanzeigendem Silikagel oder wasserfreiem Calciumchlorid.

5.27 Waage, genau auf 10 mg.

5.28 Wegwerfspritzen, mit Aufsteckkupplung, Volumen: 1 ml und 10 ml.

5.29 Aufstecknadeln, mit weiter Öffnung (80 mm x 1,2 mm).

5.30 Karl-Fischer-Apparatur, soll entweder mit einer automatischen Volumentitriereinrichtung oder mit einer automatischen coulometrischen Titrationseinrichtung ausgerüstet sein. Die Karl-Fischer-Anlage muss die Bestimmung eines Wassergehaltes der Simulanz mit einer Präzision (Standardabweichung) von 10 mg/kg oder weniger (entsprechend 1 mg/dm² Kunststoff) ermöglichen. Ein Gerät mit automatischer volumetrischer oder coulometrischer Titration muss verwendet werden. Titration von Hand ist mit der erforderlichen Genauigkeit oder Präzision nicht möglich.

6 Vorbereitung der Prüfmuster

6.1 Allgemeines

Es ist wichtig, dass die Prüfmuster sauber und frei von Oberflächenverunreinigungen sind (viele Kunststoffe können infolge elektrostatischer Aufladung erheblich Staub anziehen). Vor Beginn der Vorbereitung der Prüfmuster sind die Oberflächenverunreinigungen von der Probe durch vorsichtiges Abreiben mit einem fusenfreien Tuch oder Abbürsten mit einer weichen Bürste zu entfernen. Keinesfalls darf die Probe mit Wasser oder Lösungsmittel gewaschen werden. Wenn es in den Gebrauchsanweisungen vorgeschrieben ist, dass der Gegenstand vor der Verwendung zu waschen oder zu säubern ist, dann sollte ein Waschen oder Säubern vorgenommen werden, siehe 8.1 von EN 1186-1:2002. Berührung von Hand ist zu vermeiden, wenn notwendig, sind Baumwollhandschuhe zu tragen.

Um sicherzustellen, dass die Teststücke hinreichend voneinander getrennt sind und dass ihre Oberflächen unbeeinträchtigt dem Olivenöl während der Prüfzeit ausgesetzt sind, ist bei dünnen Filmen ein Stück von nichtrostendem Drahtgeflecht (5.9) zwischen die Prüfstücke einzusetzen, oder bei dicken Proben, die nicht auf Trägern gehalten werden, sind Glasstäbe zwischen die Prüfstücke nach Eintauchen in das Olivenöl einzusetzen. Wo Prüfmusterträger verwendet werden, sind die Träger mit einem Reiter zur Identifizierung des Prüfmusters zu kennzeichnen.

Beim Vorbereiten der Prüfmuster ist die Oberfläche gemäß 8.3 der prEN 1186-1:2001 zu messen.