

DIN EN 1186-2



ICS 67.250

Ersatzvermerk
siehe unten

**Werkstoffe und Gegenstände in Kontakt mit Lebensmitteln –
Kunststoffe –
Teil 2: Prüfverfahren für die Gesamtmigration in Pflanzenölen;
Deutsche Fassung EN 1186-2:2022**

Materials and articles in contact with foodstuffs –
Plastics –

Part 2: Test methods for overall migration in vegetable oils;
German version EN 1186-2:2022

Matériaux et objets en contact avec les denrées alimentaires –
Matière plastique –

Partie 2: Méthodes d'essai pour la migration globale dans les huiles végétales;
Version allemande EN 1186-2:2022

Ersatzvermerk

Ersatz für DIN EN 1186-2:2002-07, DIN EN 1186-4:2002-07, DIN EN 1186-6:2002-07, DIN EN 1186-8:2002-07,
DIN EN 1186-10:2002-12 und DIN EN 1186-12:2002-07

Gesamtumfang 45 Seiten

DIN-Normenausschuss Materialprüfung (NMP)

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (EN 1186-2:2022) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 194 „Bedarfsgegenstände in Kontakt mit Lebensmitteln“ erarbeitet, dessen Sekretariat von AFNOR (Frankreich) gehalten wird.

Das zuständige deutsche Normungsgremium ist der Arbeitsausschuss NA 062-08-93 AA „Bedarfsgegenstände aus Kunststoff in Kontakt mit Lebensmitteln — Prüfung der Migration aus Kunststoffen“ im DIN-Normenausschuss Materialprüfung (NMP).

Für die in diesem Dokument zitierten Dokumente wird im Folgenden auf die entsprechenden deutschen Dokumente hingewiesen:

ISO 648 siehe DIN EN ISO 648

ISO 4788 siehe DIN EN ISO 4788

Aktuelle Informationen zu diesem Dokument können über die Internetseiten von DIN (www.din.de) durch eine Suche nach der Dokumentennummer aufgerufen werden.

Änderungen

Gegenüber DIN EN 1186-2:2002-07, DIN EN 1186-4:2002-07, DIN EN 1186-6:2002-07, DIN EN 1186-8:2002-07, DIN EN 1186-10:2002-12 und DIN EN 1186-12:2002-07 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) Zusammenführung des vorherigen Teil 2 „Prüfverfahren für die Gesamtmigration in Olivenöl durch völliges Eintauchen“, sowie des bisherigen Teil 4 „Prüfverfahren für die Gesamtmigration in Olivenöl mittels Zelle“, Teil 6 „Prüfverfahren für die Gesamtmigration in Olivenöl unter Verwendung eines Beutels“, Teil 8 „Prüfverfahren für die Gesamtmigration in Olivenöl durch Füllen des Gegenstandes“, Teil 10 „Prüfverfahren für die Gesamtmigration in Olivenöl (Modifiziertes Verfahren für die Anwendung bei unvollständiger Extraktion von Olivenöl)“ und Teil 12 „Prüfverfahren für die Gesamtmigration bei tiefen Temperaturen“ in einer Norm;
- b) Streichung der behördlichen Vorgaben, die in das Dokument aufgenommen wurden, um zu vermeiden, dass es nach einer Aktualisierung der Verordnung veraltet ist;
- c) das Prüfverfahren wurde an die neuen, in der Verordnung festgelegten Bedingungen angepasst;
- d) Dokument redaktionell überarbeitet.

Frühere Ausgaben

DIN V ENV 1186-2: 1994-08
DIN V ENV 1186-4: 1994-08
DIN V ENV 1186-6: 1994-08
DIN V ENV 1186-8: 1994-08
DIN V ENV 1186-10: 1994-08
DIN V ENV 1186-12: 1995-08
DIN EN 1186-2: 2002-07
DIN EN 1186-4: 2002-07
DIN EN 1186-6: 2002-07
DIN EN 1186-8: 2002-07
DIN EN 1186-10: 2002-07
DIN EN 1186-12: 2002-07

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

DIN EN ISO 648, *Laborgeräte aus Glas — Vollpipetten*

DIN EN ISO 4788, *Laborgeräte aus Glas — Messzylinder und Mischzylinder*

— Leerseite —

Deutsche Fassung

Werkstoffe und Gegenstände in Kontakt mit Lebensmitteln —
Kunststoffe —
Teil 2: Prüfverfahren für die Gesamtmigration in Pflanzenölen

Materials and articles in contact with foodstuffs —
Plastics —
Part 2: Test methods for overall migration
in vegetable oils

Matériaux et objets en contact
avec les denrées alimentaires —
Matière plastique —
Partie 2: Méthodes d'essai pour la migration globale
dans les huiles végétales

Diese Europäische Norm wurde vom CEN am 20. Juni 2022 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 CEN-CENELEC-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, Bulgarien, Dänemark, Deutschland, Estland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Kroatien, Lettland, Litauen, Luxemburg, Malta, den Niederlanden, Norwegen, Österreich, Polen, Portugal, der Republik Nordmazedonien, Rumänien, Schweden, der Schweiz, Serbien, der Slowakei, Slowenien, Spanien, der Tschechischen Republik, der Türkei, Ungarn, dem Vereinigten Königreich und Zypern.



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

CEN-CENELEC Management-Zentrum: Rue de la Science 23, B-1040 Brüssel

Inhalt

	Seite
Europäisches Vorwort	4
1 Anwendungsbereich	5
2 Normative Verweisungen	5
3 Begriffe	5
4 Prüfverfahren	6
4.1 Kurzbeschreibung	6
4.1.1 Allgemeines	6
4.1.2 Verfahren 1: Vollständiges Eintauchen	7
4.1.3 Verfahren 2: Zelle	7
4.1.4 Verfahren 3: Befüllbarer Beutel	7
4.1.5 Verfahren 4: Umgekehrter Beutel	7
4.1.6 Verfahren 5: Befüllen eines Behälters	8
4.2 Reagenzien	8
4.3 Materialien und Prüfeinrichtung	8
4.3.1 Allgemeines	8
4.3.2 Materialien und Prüfeinrichtung, die allen Verfahren gemein sind	8
4.3.3 Materialien, die alle Verfahren mit Ausnahme der Befüllung eines Behälters gemein haben	10
4.3.4 Materialien für Verfahren 1 (Vollständiges Eintauchen)	11
4.3.5 Materialien für Verfahren 2 (Zelle)	11
4.3.6 Materialien für Verfahren 3 (Halter für befüllbare Beutel) und für Verfahren 4 (Halter für umgekehrte Beutel)	11
4.3.7 Materialien für Verfahren 5 (Befüllen eines Behälters)	11
4.4 Vorbereitung der Prüfmuster	11
4.4.1 Allgemeines	11
4.4.2 Vorbereitung der Prüfmuster und Bestimmung der Kontaktfläche	12
4.5 Verfahren	15
4.5.1 Allgemeines	15
4.5.2 Anfangswägung der Prüfmuster	15
4.5.3 Exposition gegenüber dem Öl	18
4.5.4 Endwägung der Prüfmuster	22
4.5.5 Extraktion des absorbierten Öls	22
4.5.6 Bestimmung des extrahierten Öls	23
4.6 Angabe der Ergebnisse	26
4.6.1 Allgemeines	26
4.6.2 Rechenverfahren	26
4.6.3 Präzision	29
5 Prüfbericht	29
Anhang A (normativ) Kontaktdauer- und Temperaturtoleranzen	30
Anhang B (normativ) Bestimmung der Eignung von Öl als fetthaltiges Prüflebensmittel und von Triheptadecanoin als interner Standard	32
B.1 Kurzbeschreibung	32
B.2 Verfahren	32
B.3 Schlussfolgerungen	33

Anhang C (normativ) Bestimmung der Notwendigkeit einer Probenklimatisierung.....34

C.1 Kurzbeschreibung.....34

C.2 Verfahren 34

C.3 Schlussfolgerungen.....34

C.4 Anfangswägung der Prüfmuster 34

C.5 Endwägung der Prüfmuster 34

Anhang D (normativ) Bestimmung der Notwendigkeit einer Probenklimatisierung und
Bestimmung der Masse von feuchtigkeitsempfindlichen Prüfmustern und/oder
Prüfmustern mit vorhandenen flüchtigen Anteilen durch Vakuumtrocknung.....35

D.1 Kurzbeschreibung.....35

D.2 Feststellung der Notwendigkeit einer Klimatisierung der Prüfmuster 35

D.2.1 Verfahren 35

D.2.2 Schlussfolgerungen.....35

D.3 Anfangswägung der Prüfmuster 35

D.3.1 Klimatisierung der Prüfmuster.....35

D.3.2 Erneute Klimatisierung der Prüfmuster.....36

D.4 Endwägung der Prüfmuster 36

Anhang E (informativ) Typische Chromatogramme und Kalibrierkurven.....37

Anhang F (informativ) Präzisionsdaten.....40

Literaturhinweise.....41

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (EN 1186-2:2022) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 194 „Bedarfsgegenstände in Kontakt mit Lebensmitteln“ erarbeitet, dessen Sekretariat von AFNOR gehalten wird.

Diese Europäische Norm muss den Status einer nationalen Norm erhalten, entweder durch Veröffentlichung eines identischen Textes oder durch Anerkennung bis Januar 2023, und etwaige entgegenstehende nationale Normen müssen bis Januar 2023 zurückgezogen werden.

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Elemente dieses Dokuments Patentrechte berühren können. CEN ist nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren.

Dieses Dokument ersetzt EN 1186-2:2002, EN 1186-4:2002, EN 1186-6:2002, EN 1186-8:2002, EN 1186-10:2002 und EN 1186-12:2002.

Dieses Dokument setzt die „Verordnung der Kommission über Materialien und Gegenstände aus Kunststoff, die dazu bestimmt sind, mit Lebensmitteln in Berührung zu kommen“ im Hinblick auf die Bestimmung der Gesamtmigration in Prüflebensmittel um. Dieser Rechtstext unterliegt einem Änderungsvorbehalt, und Anwendern dieses Dokuments wird deshalb dringend geraten, vor der Durchführung einer oder mehrerer der in diesem Dokument beschriebenen Prüfungen über die Internetseite der Europäischen Kommission die jeweils neueste Fassung der einschlägigen veröffentlichten Rechtstexte in Bezug zu nehmen.

Im Vergleich zu den Vorgängerausgaben wurden die folgenden technischen Änderungen vorgenommen:

- Streichung der behördlichen Vorgaben, die in das Dokument aufgenommen wurden, um zu vermeiden, dass es nach einer Aktualisierung der Verordnung veraltet ist;
- das Prüfverfahren wurde an die neuen, in der Verordnung festgelegten Bedingungen angepasst;
- die 6 vorhergehenden Normen, die Pflanzenöle als Simulanzien verwenden und auf demselben Messprinzip beruhen, wurden in einem Dokument zusammengefasst.

Rückmeldungen oder Fragen zu diesem Dokument sollten an das jeweilige nationale Normungsinstitut des Anwenders gerichtet werden. Eine vollständige Liste dieser Institute ist auf den Internetseiten von CEN abrufbar.

Entsprechend der CEN-CENELEC-Geschäftsordnung sind die nationalen Normungsinstitute der folgenden Länder gehalten, diese Europäische Norm zu übernehmen: Belgien, Bulgarien, Dänemark, Deutschland, die Republik Nordmazedonien, Estland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Kroatien, Lettland, Litauen, Luxemburg, Malta, Niederlande, Norwegen, Österreich, Polen, Portugal, Rumänien, Schweden, Schweiz, Serbien, Slowakei, Slowenien, Spanien, Tschechische Republik, Türkei, Ungarn, Vereinigtes Königreich und Zypern.

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument legt Verfahren für die Messung der Gesamtmigration von für den Kontakt mit Lebensmitteln vorgesehenen Werkstoffen und Gegenständen aus Kunststoff fest, bei der die Prüfmuster mit Pflanzenölen in Kontakt gebracht werden, die auf einer Temperatur von größer oder gleich 4 °C und kleiner oder gleich 175 °C gehalten werden.

ANMERKUNG Einige Pflanzenöle sind für den Gebrauch bei Temperaturen unterhalb von 20 °C ungeeignet.

Die Gesamtmigration aus einer Probe des Kunststoffes wird als der Massenverlust an nichtflüchtigen Substanzen angegeben:

- je Flächeneinheit; oder
- je kg des Prüflebensmittels; oder
- je Gegenstand

bestimmt nach Kontakt mit einem Prüflebensmittel unter festgelegten Bedingungen.

Je nach der Art der Werkstoffe oder Form der Gegenstände erfolgt der Kontakt mit dem Prüflebensmittel entweder an nur einer Oberfläche (Beutel, Zelle, Befüllen) oder durch Eintauchen.

Dieses Dokument deckt nicht die Auswertung der Ergebnisse ab, die wahrscheinlich behördliche Anforderungen bedingt.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden Dokumente werden im Text in solcher Weise in Bezug genommen, dass einige Teile davon oder ihr gesamter Inhalt Anforderungen des vorliegenden Dokuments darstellen. Bei datierten Verweisungen gilt nur die in Bezug genommene Ausgabe. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe des in Bezug genommenen Dokuments (einschließlich aller Änderungen).

ISO 648, *Laboratory glassware — Single-volume pipettes*

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die folgenden Begriffe.

ISO und IEC stellen terminologische Datenbanken für die Verwendung in der Normung unter den folgenden Adressen bereit:

- ISO Online Browsing Platform: verfügbar unter <https://www.iso.org/obp>
- IEC Electropedia: verfügbar unter <https://www.electropedia.org/>

3.1

gebrauchsfertiger Gegenstand

Gegenstand, der so verkauft wird, dass er mit nur minimaler oder ohne Vorbereitung verwendet werden kann

3.2

Probe

Werkstoff oder Gegenstand, der zur Prüfung vorliegt

3.3

Prüfmuster

Teil der Probe, an dem im Verlauf der Prüfung eine Messung vorgenommen wird

3.4

Stück

Teil eines Prüfmusters

3.5

herkömmlicher Ofen

thermostatisch geregelter Wärmeschrank, in dessen Innenraum die Luft erwärmt und diese Wärme dann durch den Kunststoff auf das Lebensmittel übertragen wird, im Gegensatz zum Mikrowellenofen, in dem das Lebensmittel durch Mikrowellenstrahlung direkt erwärmt wird

3.6

befüllbarer Beutel

Behältnis von festgelegter Größe, hergestellt aus der zu prüfenden Folie, bei dem sich die für den Kontakt mit Lebensmitteln vorgesehene Seite der Folie nach dem Befüllen mit dem betreffenden Prüflebensmittel oder einem Prüfmedium in Kontakt befindet

3.7

umgekehrter Beutel

Beutel, der so hergestellt ist, dass die für den Kontakt mit Lebensmitteln vorgesehene Oberfläche die Außenseite ist

Anmerkung 1 zum Begriff: Alle Seiten sind geschlossen, um zu verhindern, dass die innere Oberfläche mit dem Prüflebensmittel in Kontakt kommt. Der umgekehrte Beutel ist vollständig in das Prüflebensmittel oder das Prüfmedium einzutauchen.

3.8

Zelle

Vorrichtung, in der eine zu prüfende Folie montiert werden kann und bei der sich die für den Kontakt mit Lebensmitteln vorgesehene Seite der Folie nach dem Zusammenbau und dem Befüllen mit dem betreffenden Prüflebensmittel oder einem Prüfmedium in Kontakt befindet

3.9

Prüflebensmittel

Lebensmittelsimulanz

Prüfmedium, das Lebensmittel nachahmt; das Prüflebensmittel ahmt durch sein Verhalten die Migration aus Lebensmittelkontaktmaterialien nach

4 Prüfverfahren

4.1 Kurzbeschreibung

4.1.1 Allgemeines

Die Gesamtmigration eines Werkstoffs oder eines gebrauchsfertigen Gegenstandes aus Kunststoff, der mit fetthaltigen Lebensmitteln in Kontakt kommt, für die Pflanzenöle verwendet werden müssen, wird ermittelt, indem Prüfmuster unter Prüfbedingungen, die auf der Basis des ungünstigsten Verwendungsszenarios gewählt wurden, mit einem Pflanzenöl in Kontakt gebracht werden, wobei die Prüfmuster vor und nach dem Kontakt mit dem Pflanzenöl gewogen werden und das vom Werkstoff absorbierte Öl mittels Gaschromatographie in der aus der ermittelten Massendifferenz abgeleiteten Dosis zugemessen wird.

Prüfmuster bekannter Masse werden für die Dauer der Expositionszeit bei Temperaturen von größer oder gleich 4 °C und kleiner oder gleich 175 °C mit Öl in Kontakt gebracht, sodann aus dem Öl herausgenommen, abtropfen gelassen, durch Abwischen von oberflächlich anhaftendem Öl befreit und erneut gewogen.

Die Prüfmuster halten üblicherweise absorbiertes Öl zurück; dieses wird extrahiert und nach Umwandlung in Methylester mittels Gaschromatographie quantitativ bestimmt. Die Methylierung erfolgt durch Reaktion der durch Verseifen mit Kaliumhydroxid gewonnenen Fettsäuren mit Bortrifluorid/Methanolkomplex.

Als interner Standard wird Triheptadecanoin vor der Extraktion des von den Prüfmustern absorbierten Öls zugesetzt. Auf diese Weise wird sichergestellt, dass jede aktive oder extrahierte Komponente des Kunststoffs sowohl mit dem internen Standard als auch mit dem extrahierten Öl reagiert. Der interne Standard wird dabei ebenfalls den Hydrolyse- und Methylierungsreaktionen unterworfen und schafft damit einen Ausgleich bei unzureichenden Hydrolyse- und Methylierungsprozessen.

Die Migration in das Öl wird berechnet, indem die Masse des vom Prüfmuster zurückgehaltenen Öls von der Masse des Prüfmusters nach Entfernen des anhaftenden Öls subtrahiert und anschließend diese Masse von der Ausgangsmasse des Prüfmusters subtrahiert wird.

Der Gesamtverlust an Masse wird in Milligramm je Quadratdezimeter der Oberfläche des Prüfmusters oder in Milligramm je kg Öl oder in Milligramm je Gegenstand ausgedrückt, und im Prüfbericht wird die Gesamtmigration als Mittelwert von mindestens drei Bestimmungen an voneinander unabhängigen Prüfmustern angegeben.

In Abhängigkeit von der Art der Probe werden die Prüfungen nach einem der folgenden Kontaktverfahren bei einer Temperatur von größer oder gleich 4 °C und kleiner oder gleich 175 °C und über die festgelegte Expositionszeit durchgeführt.

ANMERKUNG Bei einigen Pflanzenölen eignet sich dieses Verfahren auch für die Anwendung bei Temperaturen über 175 °C. Die Eignung für die verschiedenen Pflanzenöle ist von deren physikalischen Eigenschaften abhängig.

4.1.2 Verfahren 1: Vollständiges Eintauchen

Prüfmuster von bekannter Masse und Oberfläche werden in Öl eingetaucht; dieses Verfahren eignet sich am besten für Kunststoffe in Form von Folien und Platten, lässt sich aber auch auf eine große Bandbreite von Gegenständen oder Behältern anwenden, aus denen Prüfmuster geeigneter Größe geschnitten werden können.

4.1.3 Verfahren 2: Zelle

Prüfmuster von bekannter Masse werden in einer Zelle mit Öl in Kontakt gebracht; dieses Verfahren eignet sich am besten für Kunststoffe in Form von Folien oder Platten, bei denen nur eine Seite für den Kontakt mit Lebensmitteln vorgesehen ist (bedruckte, mehrschichtige Werkstoffe usw.).

4.1.4 Verfahren 3: Befüllbarer Beutel

Prüfmuster von bekannter Masse in Beutelform werden mit Öl gefüllt; dieses Verfahren eignet sich für Kunststoffe in Form von Folien oder Platten, bei denen die für den Kontakt mit Lebensmitteln vorgesehene Seite (bedruckte, mehrschichtige Werkstoffe usw.) durch Anwendung von Wärme oder Druck so versiegelt werden kann, dass ein Beutel entsteht.

4.1.5 Verfahren 4: Umgekehrter Beutel

Prüfmuster von bekannter Masse in Form von umgekehrten Beuteln werden in Öl getaucht; dieses Verfahren eignet sich für Kunststoffe in Form von Folien oder Platten (bedruckte, mehrschichtige Werkstoffe usw.), bei denen beide Seiten durch Anwendung von Wärme oder Druck so versiegelt werden können, dass ein umgekehrter Beutel entsteht. Wenn irgend möglich, ist dieses Verfahren bei einer Öltemperatur über 70 °C der Verwendung von befüllbaren Beuteln vorzuziehen, weil der Druck des Öls die Versiegelung des Beutels bei hohen Temperaturen schädigen kann.

4.1.6 Verfahren 5: Befüllen eines Behälters

Prüfmuster von bekannter Masse werden mit Öl gefüllt; dieses Verfahren eignet sich für Kunststoffe in Form von Behältern und Gegenständen, die befüllt werden können. Die Prüfung von Proben nach diesem Verfahren ermöglicht die Prüfung von inhomogenen Gegenständen, sofern diese nicht zu groß sind. Ist der Gegenstand groß, so kann es zur Vermeidung von Problemen bei der Handhabung und beim Wägen oder der Verwendung von allzu großen Mengen Öl vorzuziehen sein, das Prüfmuster zuzuschneiden, wobei darauf zu achten ist, dass keine Stücke des Werkstoffs der Prüfmusters verloren gehen.

4.2 Reagenzien

Sofern nichts anderes festgelegt ist, sollten alle Reagenzien analysenrein sein.

4.2.1 Öl. Die als Simulanzien verwendeten Pflanzenöle müssen rektifiziert sein, und ihr Gehalt an nicht verseifbaren Bestandteilen (Wachsen und essentiellen Ölen) muss kleiner als 1 % sein.

4.2.2 Extraktionslösemittel.

4.2.2.1 Pentan wird als Lösemittel für die erste Extraktion aller Arten von Kunststoffen empfohlen.

4.2.2.2 Ein azeotropes Gemisch aus Pentan 98 % und Ethanol 96 % im Volumenverhältnis 95/5 wird als Lösemittel für polare Kunststoffe, wie z. B. Polyamid und Polyoxymethylen, empfohlen.

ANMERKUNG 1 Wegen des niedrigen Siedepunktes dieser Lösemittel kann es notwendig sein, gekühltes Kühlwasser zu verwenden, um unzulässige Lösemittelverluste durch den Kühler zu vermeiden.

ANMERKUNG 2 Das Lösemittel kann durch erneutes Destillieren und Entfettung rezykliert werden.

4.2.3 Lösung von Triheptadecanoin (Glyceryltrimargarat) CAS-Nr. 2438-40-6, 2 mg/ml in Cyclohexan.

ANMERKUNG Es können auch andere interne Standards, wie z. B. Zimtsäuremethylester (CAS-Nr. 103-26-4) oder Glycerin-trinonadecanoat (CAS-Nr. 26536-13-0), verwendet werden.

4.2.4 Kaliumhydroxid-Lösung, 11 g/l in Methanol.

4.2.5 Bortrifluorid, Methanol-Komplex, etwa 150 g/l BF₃.

4.2.6 n-Heptan.

4.2.7 Natriumsulfat, gesättigte Lösung.

4.3 Materialien und Prüfeinrichtung

4.3.1 Allgemeines

Die Bestandteile und der Zustand der verwendeten Materialien und der Prüfeinrichtung müssen es ermöglichen, eine Verunreinigung der zu analysierenden Proben sowie der verwendeten Reagenzien und Lösungen zu verhindern.

Die Materialien und die Prüfeinrichtung müssen auf geeignete Art und Weise gereinigt werden.

4.3.2 Materialien und Prüfeinrichtung, die allen Verfahren gemein sind

4.3.2.1 Analysenwaage mit einer Fehlergrenze von höchstens 0,1 mg.

4.3.2.2 Herkömmlicher Ofen (thermostatisch geregelter Ofen, Inkubator, Kühlschrank usw.), der in der Lage ist, die eingestellte Temperatur innerhalb der in Anhang A festgelegten Toleranzen zu halten.

4.3.2.3 Dampfbad, Heizplatte, Destillationsapparatur oder Rotationsverdampfer.

4.3.2.4 Exsikkator mit z. B. wasserfreiem Calciumchlorid oder Silica-Gel.

4.3.2.5 Flusenfreies Tuch oder weiche Bürste oder Druckreinluftgenerator.

4.3.2.6 Klimatisiergefäße zur Klimatisierung von Prüfmustern bei relativen Luftfeuchten von $50 \% \pm 5 \%$ und $80 \% \pm 5 \%$ und einer Temperatur von $23^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$.

ANMERKUNG Für eine relative Luftfeuchte von 50 % eignet sich eine Lösung mit 43 % Massenanteil je Volumen von Schwefelsäure in Wasser und für eine relative Luftfeuchte von 80 % eine Schwefelsäurelösung mit 27 % Massenanteil je in Wasser.

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 Luftfeuchte und die Temperatur während der Klimatisierung konstant zu halten. Deshalb sollten die Klimatisiergefäße in einen auf eine Temperatur von etwa 20°C eingestellten herkömmlichen Ofen gegeben werden; die Temperatur sollte um nicht mehr als $\pm 1^{\circ}\text{C}$ schwanken.

4.3.2.7 Siedeperlen aus inertem Material, zum Beispiel aus Glas oder Keramik mit einem Durchmesser von 2 mm bis 3 mm.

4.3.2.8 Soxhlet-Extraktoren, geeignet zur Aufnahme der Prüfmuster auf den Halterungen, mit Kolben geeigneter Größe.

ANMERKUNG Für eine zufriedenstellende Extraktion von absorbiertem Öl aus den Prüfmustern können auch andere Extraktoren eingesetzt werden.

4.3.2.9 Wasserbad oder Heizmantel, geeignet zur Aufnahme und Erwärmung der Kolben der Soxhlet-Extraktoren.

4.3.2.10 Rotationsverdampfer oder Destillationsapparatur, zum Verdampfen und Sammeln des Extraktionslösemittels.

ANMERKUNG Für eine effiziente Kondensation von Lösemitteln mit einem niedrigen Siedepunkt kann künstlich gekühltes Wasser notwendig sein.

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

4.3.2.12 Gaschromatograph, mit Flammenionisationsdetektor oder einem anderen geeigneten Detektor, ausgerüstet mit einer geeigneten Säule.

Für Olivenöl: Wenn eine polare Säule verwendet wird, müssen die Hauptpeaks von Olivenöl wie C16:0, Hexadecansäuremethylester (Methylpalmitat); C16:1, 9-Hexadecensäuremethylester (Methylpalmitoleat); C18:0, Octadecansäuremethylester (Methylstearat); C18:1, 9-Octadecensäuremethylester (Methyloleat), C18:2, 9,12-Octadecadiensäuremethylester (Methylinoleat) und vom internen Standard C17:0, Heptadecansäuremethylester (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.

Folgende Säulen haben sich als geeignet erwiesen:

- Säule 1, polare Säule, WCOT-Fused-Silica-Säule, Länge 50 m, Innendurchmesser 0,25 mm, mit einem Cyanopropylsilikon-Film mit einer Dicke von 0,21 µm;
- Säule 2, nicht polare Säule, BP1, Länge 25 m, Innendurchmesser 0,32 mm, mit einer Filmdicke von 1 µm;
- Säule 3, polare Säule, Säule aus rostfreiem Stahl, 2 mm bis 3 mm Innendurchmesser und 2 m bis 3 m Länge, gepackt mit 10 % bis 20 % Massenanteil Polyestersuccinat auf Kieselgur mit 80 mesh bis 100 mesh als stationärer Phase.

Für andere Pflanzenöle gilt: Die Bedingungen für die Abscheidung der Haupt-Fettsäureester sollten überprüft werden.

4.3.2.13 Glasgefäße mit Stopfen und einem Volumen von etwa 10 ml zur Aufnahme der Heptanschicht, falls notwendig.

4.3.2.14 Herkömmlicher Ofen mit Vakuumeinrichtung oder Vakuumexsikkator, zur Einhaltung einer Temperatur von $60\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$. Der herkömmliche Ofen oder Exsikkator muss mit einer Vakuumpumpe ausgerüstet oder verbunden sein, die ein Vakuum kleiner oder gleich 1,3 kPa erzeugen kann. Die Vakuumpumpe muss mit einem Zeitschalter ausgerüstet sein, um die Vakuumpumpe stündlich für jeweils 15 min in Betrieb zu setzen.

ANMERKUNG Falls kein herkömmlicher Ofen mit Vakuumeinrichtung zur Verfügung steht, kann ein Vakuumexsikkator verwendet werden, der in einen auf 60 °C eingestellten Ofen gestellt wird.

4.3.2.15 Einwegspritzen aus Kunststoff mit Luerverbindung, 1 ml oder 10 ml und großblumige Luer-Kanülen ($80\text{ mm} \pm 1,2\text{ mm}$) oder gleichwertige Ausrüstung (Messzylinder, Pipette usw.).

4.3.2.16 Saugpapier.

4.3.3 Materialien, die alle Verfahren mit Ausnahme der Befüllung eines Behälters gemein haben

4.3.3.1 Schneidunterlage, eine saubere ebene Glas-, Metall- oder Kunststoffplatte von ausreichender Größe zur Vorbereitung von Prüfmustern.

4.3.3.2 Stumpfe Pinzette, z. B. aus nichtrostendem Stahl.

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

4.3.3.4 Schnittschablonen mit den Maßen $(100\text{ mm} \pm 0,2\text{ mm}) \times (100\text{ mm} \pm 0,2\text{ mm})$.

4.3.3.5 Längenmessgerät mit einer Fehlergrenze von 1 mm.

4.3.3.6 Glasbehälter ausgerüstet mit einem inerten Verschlussystem (Stopfen, Deckel usw.) zur Aufnahme des Öls und der Prüfmuster, z. B. Prüfröhrchen, mit Schliffhals und einem Innendurchmesser von etwa 35 mm und einer Länge im Bereich von 100 mm bis 200 mm ohne den Schliffhals.

4.3.3.7 Kolben mit Schliffhals von geeigneter Größe.

4.3.3.8 Pipetten, 5 ml und 10 ml, die die in ISO 648 festgelegten Anforderungen an Klasse B erfüllen, oder automatische Pipetten mit gleichwertiger Leistung.