

**Werkstoffe und Gegenstände in Kontakt mit Lebensmitteln
Kunststoffe**Teil 6: Prüfverfahren für die Gesamtmigration in Olivenöl unter Verwendung eines Beutels
Deutsche Fassung EN 1186-6:2002**DIN****EN 1186-6**

ICS 67.250

Ersatz für
DIN V ENV 1186-6:1994-08

Materials and articles in contact with foodstuffs —
Plastics — Part 6: Test methods for overall migration
into olive oil using a pouch;
German version EN 1186-6:2002

Matériaux et objets en contact avec les denrées alimentaires —
Matière plastique — Partie 6: Méthodes d'essai pour la migration globale
dans l'huile d'olive à l'aide d'un sachet;
Version allemande EN 1186-6:2002

Die Europäische Norm EN 1186-6:2002 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 NMP 893 „Bedarfsgegenstände aus Kunststoff in Kontakt mit Lebensmitteln – Prüfung der Migration aus Kunststoffen“ des Normenausschusses Materialprüfung (NMP) verantwortlich.

Änderungen

Gegenüber DIN V ENV 1186-6:1994-08 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

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

Frühere Ausgaben

DIN V ENV 1186-6: 1994-08

Fortsetzung 32 Seiten EN

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

**Documents**

Document Sharing Hub

— Leerseite —

Deutsche Fassung

Werkstoffe und Gegenstände in Kontakt mit Lebensmitteln —
Kunststoffe — Teil 6: Prüfverfahren für die Gesamtmigration in
Olivenöl unter Verwendung eines Beutels

Materials and articles in contact with foodstuffs —
Plastics — Part 6: Test methods for overall migration into
olive oil using a pouch

Matériaux et objets en contact avec les denrées
alimentaires — Matière plastique — Partie 6: Méthodes
d'essai pour la migration globale dans l'huile d'olive
à l'aide d'un sachet

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	9
8 Angabe der Ergebnisse	16
9 Prüfbericht	17
Anhang A (normativ) Bestimmung der Eignung von Olivenöl als fettiges Prüflebensmittel und von Triheptadecansäure als interner Standard	18
Anhang B (normativ) Bestimmung der Notwendigkeit einer Probenkonditionierung	20
Anhang C (normativ) Bestimmung der Notwendigkeit der Probenkonditionierung und Bestimmung der Masse von feuchteempfindlichen Prüfmustern durch Vakuumtrocknung	21
Anhang D (normativ) Bestimmung der Änderung des Feuchtegehalts von Prüfmustern durch Messung des Wassertransports in das oder aus dem Olivenöl mittels Karl-Fischer-Titration	23
Anhang E (informativ) Beutelhalter, typische Chromatogramme und Kalibrierkurve	25
Anhang F (informativ) Präzisionsdaten	29
Anhang ZA (informativ) Zusammenhang dieser Europäischen Norm mit der Richtlinie 89/109/EWG des Rates und der Richtlinie 90/128/EWG der Kommission sowie zugehörigen Richtlinien	30
Literaturhinweise	32

Vorwort

Dieses Dokument EN 1186-6:2002 wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 194 „Bedarfsgegenstände in Kontakt mit Lebensmitteln“ erarbeitet, dessen Sekretariat von BSI gehalten wird.

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 1186-6:1994.

Diese Europäische Norm ist Teil einer Reihe von Prüfverfahren für Werkstoffe und Gegenstände aus Kunststoff, die mit Lebensmitteln in Kontakt kommen.

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 Bestandteil dieser Norm ist.

Zur Zeit der Erarbeitung und Veröffentlichung dieser Norm ist die Gesetzgebung der Europäischen Union in Bezug auf Werkstoffe und Gegenstände aus Kunststoff, die dafür vorgesehen sind, in Kontakt mit Lebensmitteln zu kommen, unvollständig. Weitere Richtlinien und Änderungsrichtlinien zu schon vorhandenen Richtlinien werden erwartet, was die gesetzgebenden Anforderungen, die diese Norm unterstützt, ändern könnte. Aus diesem Grund wird nachdrücklich empfohlen, dass die Anwender diese Norm auf die zuletzt veröffentlichte(n) zutreffende(n) Richtlinie(n) Bezug nehmen, bevor sie eine in dieser Norm beschriebene Prüfung oder Prüfungen beginnen.

EN 1186-6:2002 sollte in Verbindung mit EN 1186-1:2002 gelesen werden.

Weitere Teile dieser Norm zur Bestimmung der Gesamtmigration aus Kunststoffen in Prüflebensmittel sind ausgearbeitet worden, andere sind in Vorbereitung.

Ihre Titel lauten wie folgt:

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

- Teil 1 Leitfaden für die Auswahl der Prüfbedingungen und Prüfverfahren für die Gesamtmigration
- Teil 2 Prüfverfahren für die Gesamtmigration in Olivenöl durch völliges Eintauchen
- Teil 3 Prüfverfahren für die Gesamtmigration 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 7 Prüfverfahren für die Gesamtmigration in wässrige Prüflebensmittel unter Verwendung eines Beutels
- Teil 8 Prüfverfahren für die Gesamtmigration in Olivenöl unter 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 von Olivenöl)
- 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 Gesamtmigration aus Kunststoffen, die für den Kontakt mit fettigen Lebensmitteln bestimmt sind, unter Verwendung der Prüfmedien Iso-Octan und 95 %igem Ethanol
- Teil 15 Alternative Prüfverfahren zur Migration in fettige Prüflebensmittel durch Schnellextraktion in Iso-Octan und/oder 95%iges Ethanol

Die Anhänge A, B, C und D zu dieser Norm sind, falls 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 dieser Europäischen Norm legt Prüfverfahren für die Bestimmung der Gesamtmigration in fettige Prüflebensmittel aus nur einer Oberfläche von Kunststoffplatten oder -folien fest, die für den Kontakt mit Lebensmitteln bestimmt sind, indem aus den Kunststoffplatten oder -folien Standardbeutel hergestellt werden und diese dann durch Befüllen bei Temperaturen von über 20 °C bis zu, aber nicht einschließlich, 100 °C für ausgewählte Zeitspannen beansprucht werden.

Ein Standardbeutel ist ein Beutel mit den in 6.3 definierten Maßen.

Dieses Verfahren eignet sich am besten für Kunststoffe in Form von Platten und Folien, die durch Hitze oder Druck versiegelbar sind, ist jedoch speziell auf solche Materialien anwendbar, die aus mehr als einer Schicht oder Oberfläche bestehen, wobei nur die Oberfläche mit dem Prüflebensmittel zu prüfen ist, die für den Kontakt mit Lebensmitteln vorgesehen ist.

ANMERKUNG Dieses Verfahren wurde für die Verwendung von Olivenöl als fettiges Prüflebensmittel geschrieben. Das Prüfverfahren kann auch bei geeigneten Modifikationen mit „anderen fettigen Prüflebensmitteln“, genannt Simulanz D, angewandt werden, einer künstlichen Mischung von Triglyceriden, Sonnenblumenöl und Maiskeimöl. Diese anderen fettigen Prüflebensmittel werden Chromatogramme der Methylester von den Simulantien ergeben, die sich von denen der Methylester von Olivenöl unterscheiden. Für die quantitative Bestimmung der von den Prüfmustern extrahierten Simulantien sind geeignete Chromatogramm-Peaks der Methylester von anderen fettigen Prüflebensmitteln auszuwählen.

Das beschriebene Prüfverfahren ist auf die meisten Kunststoffsorten anwendbar, obgleich es einige Kunststoffe gibt, für die es bekanntermaßen nicht anwendbar ist.

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.*

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

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

3 Kurzbeschreibung

Die Gesamtmigration aus einer Kunststoffprobe wird als Massenverlust je Flächeneinheit bestimmt, die dafür vorgesehen ist, mit Lebensmitteln in Kontakt zu kommen.

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

Prüfmuster von bekannter Masse und in Form von Beuteln werden für die Einwirkungsdauer bei Temperaturen von über 20 °C und unter 100 °C mit Olivenöl gefüllt, dann wird das Olivenöl entfernt, die Beutel werden aufgeschnitten und das an der Oberfläche haftende Olivenöl wird durch Abtupfen entfernt. Die aufgeschnittenen Teile jedes Beutels werden dann erneut gewogen.

Die Prüfmuster werden gewöhnlich absorbiertes Olivenöl zurückbehalten, das extrahiert und nach Umwandlung in Methylester durch Gaschromatographie quantitativ bestimmt wird. Die Methylierung wird durch Reaktion eines Bortrifluorid-Methanol-Komplexes mit Fettsäuren durchgeführt, die bei der Verseifung des Öls mit Kaliumhydroxid entstanden sind. Vor der Extraktion des absorbierten Olivenöls aus den Prüfmustern wird Triheptadecansäure als interner Standard hinzugefügt. Damit wird sichergestellt, dass alle aktiven oder extrahierbaren Bestandteile der Kunststoffe genauso gut mit dem internen Standard reagieren wie mit dem extrahierten Olivenöl. Der interne Standard wird auch der Verseifung und Methylierung unterzogen und sorgt damit für einen Ausgleich bei unvollständiger Verseifung und Methylierung.

Die Migration in Olivenöl wird durch Subtraktion der Masse des am Prüfmuster haftenden Olivenöls von der Masse des Prüfmusters nach Entnahme aus dem Olivenöl und anschließender Subtraktion dieser Masse von der anfänglichen Masse des Prüfmusters berechnet.

Der Gesamtmasseverlust wird in Milligramm je Quadratdezimeter Oberfläche des Prüfmusters angegeben und die Gesamtmigration wird als Mittelwert aus mindestens drei Bestimmungen an einzelnen Prüfmustern aufgezeichnet.

Um Ungenauigkeiten zuzulassen, die bei der Durchführung auftreten und schwer nachzuweisen sein können, zum Beispiel durch Verunreinigung oder Verlust an Öl während der Aufarbeitungsschritte, werden vier Bestimmungen an der Probe durchgeführt, wobei es erlaubt ist, das Ergebnis von einem Prüfmuster zu verwerfen.

Dieses Verfahren enthält Varianten, die auf bestimmte Kunststoffe anwendbar sind.

ANMERKUNG Bevor mit der Durchführung einer Migration begonnen wird, sollte die Prüfprobe auf das Vorhandensein von Bestandteilen untersucht werden, die bei der Bestimmung der Menge an extrahiertem Olivenöl störend wirken, siehe 7.1. Falls eine unannehmbare Menge an Störungen vorhanden ist, sollte die Eignung eines der „anderen fettigen Prüflebensmittel“ untersucht werden, siehe Anhang A sowie 9.3 und 9.5 von EN 1186-1:2002. Falls eine Störung auftritt, die sich ungünstig auf den internen Standard Triheptadecansäure auswirken würde, sollte ein alternativer interner Standard verwendet werden, siehe Anhang A und 9.3 von EN 1186-1:2002.

4 Reagenzien

ANMERKUNG Alle Reagenzien sollten, wenn nicht anders festgelegt, von anerkannter Analysenreinheit sein.

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

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

4.2.1 Für unpolare Kunststoffe, wie z. B. Polyethylen und Polypropylen:

— Pentan 98%ig, Siedepunkt 36 °C.

Für polare Kunststoffe, wie z. B. Polyamid und Polyacetal:

— azeotropes Gemisch aus 98%igem Pentan und 99%igem Ethanol im Volumenverhältnis von 95/5.

ANMERKUNG 1 Pentan ist ein äußerst leicht flüchtiges und leicht brennbares Lösemittel. Beim Umgang mit diesem Lösemittel muss daher dafür Sorge getragen werden, dass ein Kontakt mit Zündquellen vermieden wird. Ethanol ist auch ein brennbares Lösemittel. Es ist nicht zu empfehlen, Extraktionen mit Pentan oder dem Pentan/Ethanol-Gemisch unbeaufsichtigt stehen zu lassen, besonders nicht über Nacht.

ANMERKUNG 2 Aufgrund der niedrigen Siedepunkte dieser Lösemittel kann eisgekühltes Kühlwasser zur Vermeidung von unzulässigem Lösemittelverlust durch den Kühler erforderlich sein.

oder

4.2.2 Anderes geeignetes Lösemittel.

ANMERKUNG 1 Bei früheren Verfahren zur Bestimmung der Gesamtmigration in Olivenöl war das verwendete Extraktionslösemittel 1,1,2-Trichlortrifluorethan. Aus Umweltschutzgründen sollte die Verwendung dieses Lösemittels möglichst vermieden werden, siehe 9.1 von EN 1186-1:2002. Die Erfahrung hat gezeigt, dass dieses Lösemittel längere Extraktionszeiten erfordert, obwohl es für die meisten Kunststoffe einsetzbar ist.

ANMERKUNG 2 Einige Lösemittel können nichtflüchtige Substanzen enthalten, die nach Verseifung und Methylierung bei der Gaschromatographie zu Peaks mit Retentionszeiten führen, die den Retentionszeiten der Olivenöl-Methylester und von Methylheptadecanoat des internen Standards ähnlich sind. Lösemittel, die derartige Substanzen enthalten, sollten vor der Verwendung umdestilliert werden.

4.3 Interner Standard, Triheptadecansäure (Glycerintrimargarat) CAS No. 2438-40-6¹⁾ von solcher Reinheit, dass die Verseifungs- und Methylierungsprodukte keine Substanzen enthalten, die zu nachweisbaren gaschromatographischen Peaks (siehe 9.3 von EN 1186-1:2002) mit ähnlichen Retentionszeiten wie die der Peaks der Olivenöl-Methylester führen. Er wird als eine Lösung hergestellt, die 2,0 mg/ml in Cyclohexan enthält.

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

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

4.6 *n*-Heptan.

4.7 Natriumsulfat.

4.7.1 Natriumsulfat, wasserfrei, Na₂SO₄.

4.7.2 Natriumsulfat, gesättigte Lösung.

4.8 Diethylether.

4.9 Karl-Fischer-Lösung, kommerziell hergestellt, methanol- und chloroformhaltig, Wasseraufnahmevermögen von 5 mg/ml.

4.10 Karl-Fischer-Titrationsmittel (nur für Titriergeräte), kommerziell hergestellt, Wasseraufnahmevermögen von 2 mg/ml.

5 Prüfeinrichtungen

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

5.2 Pinzette, aus nichtrostendem Stahl, stumpf.

5.3 Schneidwerkzeug, Skalpell, Schere, scharfes Messer oder ein anderes geeignetes Gerät.

5.4 Metallschablone, (120 ± 1) mm × (120 ± 1) mm (quadratisch).

5.5 Lineal, eingeteilt in Millimeter, genau auf 0,1 mm.

5.6 Analysenwaage, mit der eine Änderung der Masse von 0,1 mg bestimmt werden kann.

5.7 Beutelhalter, wie auf Bild E.1 dargestellt, hat sich als geeignet erwiesen, hergestellt aus Aluminium oder anderem geeigneten Werkstoff oder ein gleichwertiger Halter, dazu Klammern zur Befestigung der Beutel an den Ecken.

5.8 Gefäße zum Konditionieren von Prüfmustern bei einer relativen Luftfeuchte von (50 ± 5) % und (80 ± 5) % und einer Temperatur von (20 ± 5) °C.

ANMERKUNG Für eine relative Luftfeuchte von 50 % ist eine 43%ige (w/v) Schwefelsäurelösung in Wasser, für eine relative Luftfeuchte von 80 % ist eine 27%ige (w/v) Schwefelsäurelösung geeignet. Die Lösungen sollten frisch durch Hinzufügen einer abgewogenen Menge an Säure zu einem geeigneten Volumen an Wasser, Abkühlen auf Raumtemperatur und Auffüllen auf das erforderliche Volumen, hergestellt werden.

1) Quelle: Chemical Abstracts, veröffentlicht durch American Chemical Society

Es wird empfohlen, die relative Luftfeuchte und Temperatur für die Dauer der Konditionierung aufrechtzuerhalten. Deshalb sollten die Gefäße in einen thermostatisch geregelten Raum oder Wärmeschrank mit einer Temperatur von etwa 20 °C gestellt werden, die eingestellte Temperatur sollte um nicht mehr als ± 1 °C abweichen.

5.9 Glasröhrchen, mit Schliffhals und Stopfen zur Aufbewahrung des Olivenöls und der Prüfmuster. Geeignet sind Röhrchen mit einem Innendurchmesser von etwa 35 mm und einer Länge im Bereich von 100 mm bis 200 mm, ohne Berücksichtigung des Schliffhalses, siehe 7.2 von EN 1186-1:2002.

5.10 Thermostatisch geregelter Wärme- oder Brutschrank, mit dem eine eingestellte Temperatur innerhalb der in Tabelle B.2 von EN 1186-1:2002 festgelegten Toleranzwerte, aufrecht erhalten werden kann.

5.11 Filterpapier, flusenfrei.

5.12 Siedeperlen.

5.13 Soxhlet-Extraktor, geeignet zur Aufnahme der Prüfmuster auf Trägersubstanzen, mit anzusteckenden 250-ml- oder 500-ml-Rundkolben.

ANMERKUNG Es können alternative Extraktionsapparate verwendet werden, die sich für eine ausreichende Extraktion des absorbierten Olivenöls aus den Prüfmustern eignen.

5.14 Wasserbad, geeignet zur Aufnahme der Kolben der Soxhlet-Extraktoren (5.13).

5.15 Rotationsverdampfer oder Destillierapparat zum Verdampfen und Auffangen des Extraktionslösemittels.

ANMERKUNG Für eine wirksame Kondensation eines Lösemittels mit niedrigem Siedepunkt kann eisgekühltes Wasser erforderlich sein.

5.16 Dampfbad oder Wasserbad.

5.17 Langhals-Rundkolben, 50 ml, mit aufzusetzenden Kühlern, für die Herstellung von Methylestern.

5.18 Messzylinder, die die Mindestanforderungen von ISO 4788 erfüllen, 500 ml, 250 ml, 100 ml, 25 ml und 10 ml. Anstelle des 10-ml-Messzylinders darf eine gradierte 10-ml-Spritze verwendet werden.

5.19 Pipetten, die den Mindestanforderungen von ISO 648 entsprechen, 5 ml und 10 ml.

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

5.21 Gaschromatograph mit einem Flammenionisationsdetektor, ausgerüstet mit einer geeigneten Säule. Bei Verwendung einer polaren Säule müssen die Hauptpeaks des Olivenöls, wie z. B. C16:0 Hexadecansäuremethylester (Palmitinsäuremethylester), C16:1 9-Hexadecensäuremethylester (Palmitoleinsäuremethylester), C18:0 Octadecansäuremethylester (Stearinsäuremethylester), C18:1 9-Octadecensäuremethylester (Methyloleat), C18:2 9,12-Octadecadiensäuremethylester (Linolsäuremethylester) und der interne Standard C17:0 Heptadecansäuremethylester (Margarinsäuremethylester), eine Basislinienauflösung zeigen. Wahlweise kann eine unpolare Säule verwendet werden, die eine Basisauflösung für die Methylester mit einer Anzahl von 16 und 18 Kohlenstoffatomen und den internen Standard mit einer Anzahl von 17 Kohlenstoffatomen ergeben muss.

ANMERKUNG Die folgenden Säulen haben sich als geeignet erwiesen:

- Säule 1, polare Säule, WCOT-Quarzsäule, Länge 50 m, Innendurchmesser 0,25 mm, beschichtet mit einem Cyanopropylsilikon-Film von 0,21 μ m Dicke;
- Säule 2, unpolare Säule, BP1, Länge 25 m, Innendurchmesser 0,32 mm, mit einer Filmdicke von 1 μ m;
- Säule 3, polare Säule aus nichtrostendem Stahl mit einem Innendurchmesser von 2 mm bis 3 mm und einer Länge von 2 m bis 3 m, gepackt mit einer stationären Phase in Form von Diatomeenerde mit einer Korngröße von 80 mesh bis 100 mesh, die mit Polyestersuccinat, dessen Massenanteil 10 % bis 20 % beträgt, überzogen ist.

5.22 Heiß- oder Drucksiegelgerät zur Herstellung der Beutel.

5.23 Glasröhrchen mit Schliffhals und Stopfen, mit einem Fassungsvermögen von etwa 10 ml, zur Aufbewahrung der Heptanschicht, falls notwendig.

5.24 Vakuumtrockenschrank oder Vakuumexsikkator, der eine Temperatur von $(60 \pm 2) ^\circ\text{C}$ aufrechterhalten kann. Der Vakuumtrockenschrank oder Vakuumexsikkator muss mit einer Vakuumpumpe ausgerüstet oder verbunden sein, die ein Vakuum von 1,3 kPa oder weniger erreichen kann. Die Vakuumpumpe muss mit einer Zeitschaltuhr ausgestattet sein, um die Vakuumpumpe stündlich für die Dauer von 15 min anzuschalten.

ANMERKUNG Falls kein Vakuumtrockenschrank zur Verfügung steht, kann ein Vakuumexsikkator verwendet werden, der in einen Wärmeschrank mit einer Temperatur von $60 ^\circ\text{C}$ gestellt wird.

5.25 Exsikkator mit selbstanzeigendem Silicagel oder wasserfreiem Calciumchlorid.

5.26 Waage, mit der eine Änderung der Masse von 10 mg bestimmt werden kann.

5.27 Einweg-Spritzen aus Kunststoff mit Luerkonus, mit einem Fassungsvermögen von 1 ml oder 10 ml.

5.28 großlumige Luer-Kanülen (80 mm $\times$ 1,2 mm).

5.29 Karl-Fischer-Apparatur, entweder ein automatisiertes volumetrisches Titriergerät oder ein automatisiertes coulometrisches Titriergerät. Das Karl-Fischer-Titriergerät muss für die Messung des Wassergehaltes im Prüflebensmittel mit einer Präzision (Standardabweichung) von 10 mg/kg oder weniger (entspricht 1 mg/dm^2 Kunststoff) geeignet sein. Es ist ein automatisiertes volumetrisches oder coulometrisches Titriergerät zu verwenden. Bei der Durchführung einer manuellen Titration wird nicht die erforderliche Genauigkeit oder Präzision erzielt.

6 Vorbereitung der Prüfmuster

6.1 Allgemeines

Es ist erforderlich, dass die Prüfmuster sauber und frei von Oberflächenverunreinigungen sind (viele Kunststoffe können infolge von statischer Aufladung leicht Staub anziehen). Vor der Herstellung des Prüfmusters werden jegliche Oberflächenverunreinigungen von der Probe durch vorsichtiges Wischen mit einem flusenfreien Tuch oder Abbürsten mit einer weichen Bürste entfernt. Unter keinen Umständen ist die Probe mit Wasser oder Lösemittel zu waschen. Falls in der Gebrauchsanweisung des Gegenstandes festgelegt ist, dass er vor dem Gebrauch gewaschen oder gereinigt werden sollte, siehe 8.1 von EN 1186-1:2002. Die Behandlung der Proben ist auf ein Mindestmaß zu reduzieren und falls notwendig sind Baumwollhandschuhe zu tragen.

6.2 Anzahl der Prüfmuster

Es sind sieben Prüfmuster erforderlich. Diese Prüfmuster werden wie folgt verwendet:

- a) vier Prüfmuster für die Migrationsprüfung;
- b) zwei Prüfmuster für die Überprüfung eines möglichen Verlusts an flüchtigen Bestandteilen;
- c) ein Prüfmuster zur Bestimmung der Eignung von Olivenöl als fettiges Prüflebensmittel und von Triheptadecansäure als interner Standard (siehe Anhang A).

Falls die Prüfung hinsichtlich der Konditionierung nach Anhang C angewandt wird, ist ein zusätzliches Prüfmuster erforderlich.

ANMERKUNG Die beiden Prüfmuster von b) werden verwendet, um zu überprüfen, ob die Proben aufgrund der Verdampfung von flüchtigen Bestandteilen, wie z. B. Lösemittel, bei der Prüfung an Masse verlieren. Falls das Trocknungsverfahren im Vakuum nach Anhang C angewandt wird, sind diese Prüfmuster nicht erforderlich, weil bei der Vakuumtrocknung alle flüchtigen Bestandteile aus den Prüfmustern entfernt werden.

Falls bei einer früheren Prüfung nachgewiesen wurde, dass eine Störung bei der Durchführung der Gaschromatographie unwahrscheinlich ist und Anhang A ausgelassen wird, ist ein Prüfmuster weniger notwendig.

Für die Berechnung des Mittelwertes sind mindestens drei gültige Ergebnisse erforderlich. Eine Dreifachprüfung ist zulässig, jedoch ist in diesem Falle bei einem ungültigen Ergebnis die gesamte Prüfung zu wiederholen.

6.3 Ausschneiden und Vorbereitung der Prüfmuster

Die Probe ist mit der mit dem Olivenöl in Kontakt kommenden Oberfläche nach oben auf die Schneidunterlage (5.1) zu legen und unter Verwendung der (120 mm × 120 mm)-Schablone (5.4) sind die Prüfstücke auszuschneiden. Für jedes Prüfmuster werden zwei Prüfstücke benötigt.

Die Prüfstückpaare sind mit den Oberflächen, die mit dem Olivenöl in Kontakt kommen, aufeinander zu legen. Sie sind einem Heiß- oder Drucksiegelgerät (5.22) zu verbinden, um Beutel mit vier Schweißnähten, die parallel zu allen vier Rändern verlaufen und einem Abstand vom Rand von 10 mm haben, herzustellen. Der Abstand zwischen den Innenkanten der Schweißnähte ist auf 1 mm genau zu messen und die Gesamtoberfläche des Prüfmusters, die mit dem Olivenöl in Kontakt kommt, ist auf 0,01 dm² genau zu berechnen. Diese Fläche muss etwa 2 dm² betragen. Mit dem Schneidwerkzeug ist die von der versiegelten Fläche überstehende Folie zu entfernen (um die Fläche der Folie zu verringern, die nicht direkt dem Olivenöl ausgesetzt ist), wobei genug zu belassen ist, damit den Prüfbedingungen ohne Undichtheit standgehalten wird.

Nach dem Entfernen des überstehenden Materials sind der Flächeninhalt der Beuteloberfläche, die in Kontakt mit der Simulanz kommt, und die gesamte Außenfläche des Beutels zu messen und aufzuzeichnen.

Jeder Beutel ist zur Identifizierung zu kennzeichnen. Eine Ecke des Beutels ist abzuschneiden, damit eine ausreichend große Öffnung zum Einführen einer 100-ml-Pipette entsteht.

7 Durchführung

7.1 Allgemeines

Die Anwendbarkeit des Verfahrens ist nach der in Anhang A beschriebenen Verfahrensweise zu bestimmen. Falls bei früheren Prüfungen nachgewiesen wurde, dass das Verfahren anwendbar ist, darf Anhang A übergangen werden.

Vor jeder Wägung ist die elektrostatische Aufladung mit einer Antistatikpistole oder anderen geeigneten Mitteln zu beseitigen.

7.2 Anfängliches Wägen der Prüfmuster

7.2.1 Die Notwendigkeit einer Konditionierung der Prüfmuster ist nach der in Anhang B oder Anhang C beschriebenen Verfahrensweise zu bestimmen. Falls bei früheren Prüfungen nachgewiesen wurde, dass die Probenkonditionierung nicht erforderlich ist, dürfen Anhang B und Anhang C übergangen werden. Falls bei früheren Prüfungen nachgewiesen wurde, dass die in Anhang D beschriebene Verfahrensweise auf die Probe anwendbar ist, dürfen Anhang B oder Anhang C übergangen werden.

7.2.2 Falls die in Anhang B oder Anhang C beschriebenen Prüfungen zeigen, dass eine Konditionierung nicht notwendig ist, ist die Masse jedes Prüfmusters zu bestimmen und aufzuzeichnen.

7.2.3 Falls die in Anhang B oder Anhang C beschriebenen Prüfungen zeigen, dass eine Konditionierung notwendig ist, ist die Ausgangsmasse der Probe nach den Anweisungen in dem entsprechenden Anhang zu bestimmen.