

## DIN EN 13130-8



ICS 67.250

Ersatz für  
DIN V ENV 13130-8:1999-05

**Werkstoffe und Gegenstände in Kontakt mit Lebensmitteln –  
Substanzen in Kunststoffen, die Beschränkungen unterliegen –  
Teil 8: Bestimmung von Isocyanaten in Kunststoffen;  
Deutsche Fassung EN 13130-8:2004**

Materials and articles in contact with foodstuffs –  
Plastics substances subject to limitation –  
Part 8: Determination of isocyanates in plastics;  
German version EN 13130-8:2004

Matériaux et objets en contact avec les denrées alimentaires –  
Substances dans les matières plastiques soumises à des limitations –  
Partie 8: Détermination des isocyanates dans les matières plastiques;  
Version allemande EN 13130-8:2004

Gesamtumfang 24 Seiten

Normenausschuss Materialprüfung (NMP) im DIN

**Die Europäische Norm EN 13130-8:2004 hat den Status einer Deutschen Norm.**

## **Nationales Vorwort**

Diese Europäische Norm ist im Technischen Komitee CEN/TC 194 „Bedarfsgegenstände in Kontakt mit Lebensmitteln“ ausgearbeitet worden.

Zu EN 13130-8:2004 gibt es im DIN kein Arbeitsgremium, da seitens der deutschen Fachöffentlichkeit kein Interesse an diesem Normungsthema bekundet wurde.

## **Änderungen**

Gegenüber DIN V ENV 13130-8:1999-05 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) Vornormstatus aufgehoben;
- b) Vornorm redaktionell überarbeitet;
- c) Literaturhinweise aufgenommen.

## **Frühere Ausgaben**

DIN V ENV 13130-8: 1999-05

Deutsche Fassung

Werkstoffe und Gegenstände in Kontakt mit Lebensmitteln —  
Substanzen in Kunststoffen, die Beschränkungen unterliegen —  
Teil 8: Bestimmung von Isocyanaten in Kunststoffen

Materials and articles in contact with foodstuffs — Plastics  
substances subject to limitation — Part 8: Determination of  
isocyanates in plastics

Matériaux et objets en contact avec les denrées  
alimentaires — Substances dans les matières plastiques  
soumises à des limitations — Partie 8: Détermination des  
isocyanates dans les matières plastiques

Diese Europäische Norm wurde vom CEN am 24. März 2004 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, Estland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Lettland, Litauen, Luxemburg, Malta, den Niederlanden, Norwegen, Österreich, Polen, Portugal, Schweden, der Schweiz, der Slowakei, Slowenien, Spanien, der Tschechischen Republik, Ungarn, dem Vereinigten Königreich und Zypern.



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

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

# Inhalt

Seite

|                                                                                                                |           |
|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------|
| <b>Vorwort</b> .....                                                                                           | <b>3</b>  |
| <b>Einleitung</b> .....                                                                                        | <b>5</b>  |
| <b>1 Anwendungsbereich</b> .....                                                                               | <b>6</b>  |
| <b>2 Normative Verweisungen</b> .....                                                                          | <b>6</b>  |
| <b>3 Kurzbeschreibung</b> .....                                                                                | <b>6</b>  |
| <b>4 Reagenzien</b> .....                                                                                      | <b>6</b>  |
| 4.1 Analyte .....                                                                                              | 7         |
| 4.2 Reagenzien .....                                                                                           | 7         |
| <b>5 Prüfeinrichtungen</b> .....                                                                               | <b>9</b>  |
| <b>6 Proben</b> .....                                                                                          | <b>10</b> |
| <b>7 Durchführung</b> .....                                                                                    | <b>10</b> |
| 7.1 Übersichtsprüfung mit Untersuchungsproben .....                                                            | 10        |
| 7.1.1 Extraktion und Derivatisierung von Untersuchungsproben .....                                             | 10        |
| 7.1.2 Herstellung der Reagenzblindprobe .....                                                                  | 11        |
| 7.1.3 Herstellung der Vergleichsprobe für den internen Standard .....                                          | 11        |
| 7.1.4 Herstellung der nicht derivatisierten Probenblindlösung .....                                            | 11        |
| 7.1.5 Chromatographische Bestimmung .....                                                                      | 11        |
| 7.2 Quantitative Bestimmung von Isocyanaten durch Standardaddition .....                                       | 12        |
| 7.2.1 Allgemeines .....                                                                                        | 12        |
| 7.2.2 Herstellung von Standardlösungen für die quantitative Bestimmung (0 µg/ml bis 5 µg/ml) .....             | 12        |
| 7.2.3 Verfahrensweise der Standardaddition .....                                                               | 12        |
| 7.2.4 Vergleichsprobe .....                                                                                    | 13        |
| 7.2.5 Analyse .....                                                                                            | 13        |
| 7.3 Datenauswertung .....                                                                                      | 13        |
| 7.3.1 Allgemeines .....                                                                                        | 13        |
| 7.3.2 Interferenzen im HPLC-Chromatogramm .....                                                                | 13        |
| <b>8 Angabe der Ergebnisse</b> .....                                                                           | <b>13</b> |
| 8.1 Berechnung durch Regressionsanalyse nach dem Verfahren der kleinsten Quadrate .....                        | 13        |
| 8.2 Graphische Bestimmung mit internem Standard .....                                                          | 14        |
| 8.3 Präzisionsdaten und Nachweisgrenze .....                                                                   | 15        |
| 8.3.1 Allgemeines .....                                                                                        | 15        |
| 8.3.2 Wiederholpräzision .....                                                                                 | 15        |
| 8.3.3 Vergleichpräzision .....                                                                                 | 16        |
| 8.3.4 Nachweisgrenzen .....                                                                                    | 16        |
| <b>9 Bestätigung</b> .....                                                                                     | <b>17</b> |
| 9.1 Notwendigkeit einer Bestätigung .....                                                                      | 17        |
| 9.2 Bestätigung durch erneute Untersuchung mit einer HPLC-Säule unterschiedlicher Elutionscharakteristik ..... | 17        |
| <b>10 Prüfbericht</b> .....                                                                                    | <b>17</b> |
| <b>Anhang A (normativ) Kalibrierung durch Standardaddition unter Weglassung des internen Standards</b> .....   | <b>19</b> |
| <b>Anhang B (informativ)</b> .....                                                                             | <b>20</b> |
| <b>Anhang C (informativ) Empfohlenes Gradientenprofil</b> .....                                                | <b>21</b> |
| <b>Literaturhinweise</b> .....                                                                                 | <b>22</b> |

## Vorwort

Dieses Dokument (EN 13130-8:2004) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 194 „Bedarfsgegenstände in Kontakt mit Lebensmittel“ erarbeitet, dessen Sekretariat vom BSI gehalten wird.

Dieses Dokument wurde vom Unterkomitee SC 1 des CEN/TC 194 als Teil einer Reihe von analytischen Prüfverfahren für Werkstoffe und Gegenstände aus Kunststoff in Kontakt mit Lebensmitteln erarbeitet.

Diese Europäische Norm muss den Status einer nationalen Norm erhalten, entweder durch Veröffentlichung eines identischen Textes oder durch Anerkennung bis November 2004, und etwaige entgegenstehende nationale Normen müssen bis November 2004 zurückgezogen werden.

Dieses Dokument wurde unter einem Mandat erarbeitet, das die Europäische Kommission und die Europäische Freihandelszone dem CEN erteilt haben.

Diese Norm dient zur Unterstützung der Richtlinien 2002/72/EG [1], 89/109/EWG [2], 82/711/EWG [3] und ihrer Änderungen 93/8/EWG [4], 97/48/EG [5] und 85/572/EWG [6].

Zum Zeitpunkt der Erarbeitung und Veröffentlichung dieses Teils der EN 13130 ist die Gesetzgebung der Europäischen Union über Werkstoffe und Gegenstände aus Kunststoff, die dazu bestimmt sind, mit Lebensmitteln in Berührung zu kommen, unvollständig. Weitere Richtlinien und Änderungen zu vorliegenden Richtlinien werden erwartet, die die gesetzlichen Anforderungen ändern könnten, die durch diese Norm unterstützt werden. Es wird deshalb dringend empfohlen, dass die Anwender dieser Norm auf die letzte(n) einschlägige(n) veröffentlichte(n) Richtlinie(n) Bezug nehmen, bevor mit einer oder mehreren in dieser Norm beschriebenen Untersuchung(en) begonnen wird.

EN 13130-8 sollte in Verbindung mit EN 13130-1 gelesen werden.

Weitere Teile der EN 13130 sind unter dem allgemeinen Titel *Werkstoffe und Gegenstände in Kontakt mit Lebensmitteln - Substanzen in Kunststoffen, die Beschränkungen unterliegen* erarbeitet worden, andere sind in Vorbereitung. Sie befassen sich mit der Bestimmung der spezifischen Migration von Substanzen aus Kunststoffen in Lebensmitteln und Prüflebensmitteln sowie mit der Bestimmung von bestimmten Monomeren und Additiven in Kunststoffen. Die weiteren Teile der EN 13130 sind folgende:

- Teil 1: *Leitfaden für die Prüfverfahren für die spezifische Migration von Substanzen aus Kunststoffen in Lebensmittel und Prüflebensmittel, die Bestimmung von Substanzen in Kunststoffen und die Auswahl der Kontaktbedingungen mit Prüflebensmitteln*
- Teil 2: *Bestimmung von Terephthalsäure in Prüflebensmitteln*
- Teil 3: *Bestimmung von Acrylnitril in Lebensmitteln und Prüflebensmitteln*
- Teil 4: *Bestimmung von 1,3-Butadien in Kunststoffen*
- Teil 5: *Bestimmung von Vinylidenchlorid in Prüflebensmitteln*
- Teil 6: *Bestimmung von Vinylidenchlorid in Kunststoffen*
- Teil 7: *Bestimmung von Monoethylenglycol und Diethylenglycol in Prüflebensmitteln*
- Teil 9: *Bestimmung von Essigsäure-Vinylester in Prüflebensmitteln*
- Teil 10: *Bestimmung von Acrylamid in Prüflebensmitteln*
- Teil 11: *Bestimmung von 11-Aminoundecansäure in Prüflebensmitteln*
- Teil 12: *Bestimmung von 1,3-Benzoldimethanamin in Prüflebensmitteln*

- Teil 13: Bestimmung von 2,2-Bis(4-Hydroxyphenyl)Propan (Bisphenol A) in Prüflebensmitteln
- Teil 14: Bestimmung von 3,3-Bis(3-Methyl-4-Hydroxyphenyl)-2-Indolin in Prüflebensmitteln
- Teil 15: Bestimmung von 1,3-Butadien in Prüflebensmitteln
- Teil 16: Bestimmung von Caprolactam und Caprolactamsalz in Prüflebensmitteln
- Teil 17: Bestimmung von Carbonylchlorid in Kunststoffen
- Teil 18: Bestimmung von 1,2-Dihydroxybenzol, 1,3-Dihydroxybenzol, 1,4-Dihydroxybenzol, 4,4'-Dihydroxybenzophenon und 4,4'-Dihydroxybiphenyl in Prüflebensmitteln
- Teil 19: Bestimmung von Dimethylaminoethanol in Prüflebensmitteln
- Teil 20: Bestimmung von Epichlorhydrin in Kunststoffen
- Teil 21: Bestimmung von Ethylendiamin und Hexamethylendiamin in Prüflebensmitteln
- Teil 22: Bestimmung von Ethylenoxid und Propylenoxid in Kunststoffen
- Teil 23: Bestimmung von Formaldehyd und Hexamethylentetramin in Prüflebensmitteln
- Teil 24: Bestimmung von Maleinsäure und Maleinsäureanhydrid in Prüflebensmitteln
- Teil 25: Bestimmung von 4-Methylpenten in Prüflebensmitteln
- Teil 26: Bestimmung von 1-Octan und Tetrahydrofuran in Prüflebensmitteln
- Teil 27: Bestimmung von 2,4,6-Triamino-1,3,5-Triazin in Prüflebensmitteln
- Teil 28: Bestimmung von 1,1,1-Trimethylopropan in Prüflebensmitteln

Die Teile 1 bis 8 sind Europäische Normen.

Die Teile 9 bis 28 sind Technische Spezifikationen, die im Rahmen des Normen-, Mess- und Prüfprojekts MAT1-CT92-006 „Development of Methods of Analysis for Monomers“ erarbeitet wurden.

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

## Einleitung

Isocyanate, charakterisiert durch die –NCO-Gruppe, sind Monomere, die für die Herstellung von Werkstoffen und Gegenständen verwendet werden, die für den Kontakt mit Lebensmitteln vorgesehen sind. Bei der Herstellung können im Polymer Isocyanatreste zurückbleiben und in Lebensmittel migrieren, die mit dem Polymer in Kontakt kommen.

## 1 Anwendungsbereich

Dieser Teil dieser Europäischen Norm beschreibt ein Verfahren zur Bestimmung der Einzel- und Gesamtgehalte an verbliebenen Isocyanaten in Werkstoffen und Gegenständen aus Kunststoff.

Dieses Verfahren ist anwendbar auf die Analyse von Polyurethanpolymeren. Der nach dem in dieser Norm beschriebenen Verfahren bestimmte Gesamtgehalt an Isocyanatmonomeren in Werkstoffen und Gegenständen wird in Milligramm NCO je Kilogramm Werkstoff oder Gegenstand angegeben. Das Verfahren ermöglicht die quantitative Bestimmung einzelner Isocyanate, gemessen als NCO, bei 0,4 mg/kg und des Gesamtgehaltes an Isocyanaten bei 1,0 mg/kg.

**ANMERKUNG** Das Verfahren wurde für die Analyse der unter 3.1 aufgeführten neun Isocyanatmonomere angewendet. Es wurde jedoch nicht für die Analyse von Octadecylisocyanat, Diphenylether-4,4'-Diisocyanat oder 3,3'-Dimethyl-4,4'-Diisocyanatbiphenyl angewendet, da von diesen Monomeren keine Proben zur Verfügung standen. Es gibt keinen Grund zur Annahme, dass das Verfahren für diese Monomere nicht auch geeignet 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 dieser Publikationen 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 13130-1:2004, *Werkstoffe und Gegenstände in Kontakt mit Lebensmitteln — Substanzen in Kunststoffen, die Beschränkungen unterliegen — Teil 1: Leitfaden für die Prüfverfahren für die spezifische Migration von Substanzen aus Kunststoffen in Lebensmittel und Prüflebensmittel, die Bestimmung von Substanzen in Kunststoffen und die Auswahl der Kontaktbedingungen mit Prüflebensmitteln.*

## 3 Kurzbeschreibung

Das Verfahren besteht aus zwei Teilen: Übersichtsprüfung und gegebenenfalls quantitative Bestimmung. Die quantitative Bestimmung wird nur durchgeführt, wenn bei der Übersichtsprüfung Isocyanate nachgewiesen wurden.

Werkstoffe und Gegenstände werden zuerst durch Lösemittlextraktion mit Dichlormethan und gleichzeitige Derivatisierung mit 9-(Methylaminomethyl)anthracen auf Isocyanatreste gescreent. Während der Übersichtsprüfung wird mit 1-Naphthylisocyanat kontrolliert, ob das Derivatisierungsverfahren erfolgreich war. Die sich ergebenden fluoreszierenden Derivate werden mittels Hochleistungs-Flüssigkeitschromatographie (HPLC) mit Fluoreszenzdetektion analysiert.

Wenn in Werkstoffen Isocyanatreste festgestellt werden, erfolgt deren quantitative Bestimmung durch Standardaddition zu dem zu prüfenden Werkstoff oder Gegenstand, wobei 1-Naphthylisocyanat als interner Standard verwendet wird.

Wenn Interferenzen mit dem internen Standard festgestellt werden, wird die Kalibrierung, wie in Anhang A beschrieben, durch Standardaddition unter Weglassung des internen Standards durchgeführt.

Die Bestätigung der Isocyanatgehalte erfolgt durch erneute Analyse der Probenextrakte auf einer HPLC-Säule mit einer unterschiedlichen Elutionscharakteristik.

## 4 Reagenzien