

Verpackung; Flexible Packstoffe
Bestimmung der Restlösemittel durch
statische Dampfraumanalyse mittels Gaschromatographie
Teil 1: Absolute Verfahren
Deutsche Fassung EN 13628-1:2002

DIN
EN 13628-1

ICS 55.040

Packaging; Flexible packaging material —
Determination of residual solvents by static headspace gas chromatography —
Part 1: Absolute methods;
German version EN 13628-1:2002

Emballage; Matériaux d'emballages souples —
Détermination des solvants résiduels par chromatographie en phase gazeuse et espace de tête statique —
Partie 1: Méthodes absolues;
Version allemande EN 13628-1:2002

Die Europäische Norm EN 13628-1:2002 hat den Status einer Deutschen Norm.

Nationales Vorwort

Die hiermit vorgelegte Europäische Norm ist die Deutsche Fassung der vom Technischen Komitee TC 261 „Verpackung“ (Sekretariat: Frankreich) des Europäischen Komitees für Normung (CEN) ausgearbeiteten Norm EN 13628-1.

Im Normenausschuss Verpackungswesen (NAVp) wurden die Arbeiten durch den Arbeitsausschuss AA 2.11 „Folien für Verpackungszwecke“ betreut.

Fortsetzung 15 Seiten EN

Normenausschuss Verpackungswesen (NAVp) im DIN Deutsches Institut für Normung e. V.

— Leerseite —

Deutsche Fassung

Verpackung - Flexible Packstoffe - Bestimmung der
Restlösemittel durch statische Dampfdruckanalyse mittels
Gaschromatographie - Teil 1: Absolute Verfahren

Packaging - Flexible packaging material - Determination of
residual solvents by static headspace gas chromatography
- Part 1: Absolute methods

Emballage - Matériaux d'emballages souples -
Détermination des solvants résiduels par chromatographie
en phase gazeuse et espace de tête statique - Partie 1:
Méthodes absolues

Diese Europäische Norm wurde vom CEN am 26. August 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.....	3
2 Normative Verweisungen	3
3 Prinzip.....	3
4 Reagenzien.....	4
5 Geräte	4
6 Probenahme	7
7 Prüfproben	7
8 Thermostatisieren der Prüfproben.....	7
9 Durchführung des Prüfverfahrens	8
10 Präzisionsdaten	15
11 Prüfbericht.....	15

Vorwort

Dieses Dokument EN 13628-1:2002 wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 261 „Verpackung“ erarbeitet, dessen Sekretariat vom AFNOR gehalten wird.

Diese Europäische Norm muss den Status einer nationalen Norm erhalten, entweder durch Veröffentlichung eines identischen Textes oder durch Anerkennung bis April 2003, und etwaige entgegenstehende nationale Normen müssen bis April 2003 zurückgezogen werden.

Diese Norm ist Teil einer Norm zur Bestimmung der Restlösemittel durch statische Dampfraumanalyse mittels Gaschromatographie, die in zwei Teilen veröffentlicht wird:

- Teil 1: Absolute Verfahren
- Teil 2: Industrielle Verfahren

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, Malta, Niederlande, Norwegen, Österreich, Portugal, Schweden, Schweiz, Spanien, die Tschechische Republik und das Vereinigte Königreich.

1 Anwendungsbereich

Der vorliegende Teil dieser Europäischen Norm legt Verfahren zur quantitativen Bestimmung von Restlösemitteln in flexiblen Verpackungen durch statische Dampfraumanalyse mittels Gaschromatographie fest. Die chemischen Identitäten der zu bestimmenden Restlösemittel müssen im Vorfeld der Analyse bekannt sein. Die Bestimmung von Resten thermischer Zersetzungsprodukte liegt nicht im Anwendungsbereich dieser Norm.

Das Verfahren ist anwendbar für flexible Packstoffe, die aus einschichtigen oder mehrschichtigen Kunststofffolien, Papier oder Karton, Metallfolien oder Verbunden dieser Materialien bestehen.

Dieses Verfahren ist nicht anwendbar für Restlösemittelgehalte kleiner als 0,5 mg/m².

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).

ISO 5725-2, *Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results — Part 2: Basic method for the determination of repeatability and reproducibility of a standard measurement method*.

3 Prinzip

Prüfproben des flexiblen Packstoffs werden in ein hermetisch verschließbares Probenfläschchen gegeben und unter genau kontrollierten Zeit- und Temperaturbedingungen erwärmt, um die Lösemittel in den Kopfraum des Fläschchens zu verdampfen. Die Menge an Lösemittel, die in den Kopfraum übergeht, wird dadurch bestimmt, dass ein aliquoter Teil aus der Dampfphase des Kopfraums in einen Gaschromatographen zur Analyse dosiert wird. Die Dosierung kann durchgeführt werden:

- a) mit speziellen halbautomatischen oder automatischen Dampfraum-Probenaufgabesystemen, mit denen ein Druck in den erwärmten Probenfläschchen aufgebaut werden kann. Die Quantifizierung erfolgt nach dem Verfahren der Mehrfach-Gasextraktion (MHE) unter Verwendung externer oder interner Standards.

- b) manuell oder automatisch unter Verwendung erwärmter gasdichter Spritzen oder Probenschleifen ohne Druckaufbau im erwärmten Probenfläschchen. Die Quantifizierung erfolgt durch Standardadditionsmethode.

ANMERKUNG Eine Voraussetzung für die quantitative Bestimmung der Restlösemittel durch Dampfraum-Gaschromatographie ist, dass ein Verteilungsgleichgewicht der Lösemittel zwischen der Dampfphase und der Festphase erreicht worden ist, bevor ein aliquoter Teil aus der Dampfphase entnommen und in den Gaschromatographen dosiert wird.

Während der Analyse können Interferenzen mit möglichen thermischen Zersetzungsprodukten auftreten. Zusätzliche Peaks durch diese Produkte dürfen bei der Wertbestimmung der Restlösemittel nicht berücksichtigt werden.

4 Reagenzien

4.1 Allgemeines

Alle Reagenzien sollen von einer Qualität „zur Analyse“ sein.

ANMERKUNG Qualitäten, die als geeignet für die Chromatographie gekennzeichnet sind, sind im Handel erhältlich und werden als Referenzlösemittel zur Herstellung von Standardkalibrierlösungen empfohlen. Angemessene Sicherheitsvorkehrungen sollten für die Handhabung toxischer und brennbarer Lösemittel getroffen werden.

4.2 Referenzlösemittel

Für die Herstellung von Standardkalibrierungslösungen.

4.3 Lösemittel zur Verdünnung

Mit einer Retentionszeit, die sich von denjenigen der Restlösemittel in der Probe unterscheidet.

ANMERKUNG Lösemittel wie Hexan, Säureamide und Glyzerintriacetat (Triacetin) können zur Verdünnung geeignet sein.

5 Geräte

5.1 Glasfläschchen, mit einem Volumen von 6 ml, 8 ml, 20 ml, 50 ml oder 100 ml, abhängig von den besonderen Anforderungen der Zusatzgeräte, z. B. denjenigen des Dampfraum-Probeaufgabesystems mit passendem inertem Septum und Aluminiumverschlusskappen. Das Septum darf flüchtige Substanzen weder absorbieren noch abgeben, muss während der Thermostatisierung gasdicht bleiben und muss die Entnahme einer Dampfraumprobe mit einer Spritze für die nachfolgende Analyse erlauben.

ANMERKUNG Mit Polytetrafluorethylen (PTFE) beschichtete Elastomere sind geeignete Materialien für die Septen.

5.2 Bördelzange, zum Verschließen der Probenfläschchen mit den Aluminiumverschlusskappen.

5.3 Öffnungszange, zum Entfernen der Aluminiumverschlusskappen.

5.4 Analysenwaage, Ablesegenauigkeit 0,1 mg.

5.5 Schablonen, zum Ausschneiden der Proben. Die Abmessungen dieser Schablonen müssen dem Volumen der verwendeten Probenfläschchen entsprechen.

5.6 Skalpell oder scharfes Messer

5.7 Mikroinjektionsspritzen (z. B. 1 µl, 10 µl)

5.8 Gaschromatograph, mit Flammenionisationsdetektor oder gleichwertigem Detektor, mit dem die Lösemittel bestimmt werden können.