

DIN EN 1186-2

ICS 67.250

EntwurfEinsprüche bis 2020-06-10
Ersatzvermerk
siehe unten**Werkstoffe und Gegenstände in Kontakt mit Lebensmitteln –
Kunststoffe –
Teil 2: Prüfverfahren für die Gesamtmigration in Pflanzenölen;
Deutsche und Englische Fassung prEN 1186-2:2020**

Materials and articles in contact with foodstuffs –
Plastics –
Part 2: Test methods for overall migration in vegetable oils;
German and English version prEN 1186-2:2020

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2020-04-10 wird der Öffentlichkeit zur Prüfung und Stellungnahme vorgelegt.

Weil die beabsichtigte Norm von der vorliegenden Fassung abweichen kann, ist die Anwendung dieses Entwurfs besonders zu vereinbaren.

Stellungnahmen werden erbeten

- vorzugsweise online im Norm-Entwurfs-Portal von DIN unter www.din.de/go/entwuerfe bzw. für Norm-Entwürfe der DKE auch im Norm-Entwurfs-Portal der DKE unter www.entwuerfe.normenbibliothek.de, sofern dort wiedergegeben;
- oder als Datei per E-Mail an nmp@din.de möglichst in Form einer Tabelle. Die Vorlage dieser Tabelle kann im Internet unter www.din.de/go/stellungnahmen-norm-entwuerfe oder für Stellungnahmen zu Norm-Entwürfen der DKE unter www.dke.de/stellungnahme abgerufen werden;
- oder in Papierform an den DIN-Normenausschuss Materialprüfung (NMP), 10772 Berlin oder Saatwinkler Damm 42/43, 13627 Berlin.

Die Empfänger dieses Norm-Entwurfs werden gebeten, mit ihren Kommentaren jegliche relevanten Patentrechte, die sie kennen, mitzuteilen und unterstützende Dokumentationen zur Verfügung zu stellen.

Ersatzvermerk

Vorgesehen als 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 81 Seiten

DIN-Normenausschuss Materialprüfung (NMP)

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (prEN 1186-2:2020) 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).

Um Zweifelsfälle in der Übersetzung auszuschließen, ist die englische Originalfassung beigelegt. Die Nutzungsbedingungen für den deutschen Text des Norm-Entwurfes gelten gleichermaßen auch für den englischen Text.

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

ISO 648 siehe DIN EN ISO 648

ISO 4788 siehe DIN EN ISO 4788

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) Dokument redaktionell überarbeitet.

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

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

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

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

ICS: 67.250

Deskriptoren

Dokument-Typ: Europäische Norm
Dokument-Untertyp:
Dokument-Stage: CEN-Umfrage
Dokument-Sprache: D

STD Version 2.10b

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
4.2.1 Allgemeines	8
4.2.2 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.	8
4.2.3 Extraktionslösemittel	8
4.2.4 Lösung von Triheptadecanoin (Glyceryltrimargarat) CAS Nr. 2438-40-6, 2 mg/ml in Cyclohexan.	8
4.2.5 Kaliumhydroxid-Lösung, 11 g/l in Methanol.	8
4.2.6 Bortrifluorid, Methanol-Komplex, etwa 150 g/l BF ₃	8
4.2.7 n-Heptan.	8
4.2.8 Natriumsulfat, gesättigte Lösung.	8
4.3 Materialien und Prüfeinrichtung	8
4.3.1 Allgemeines	8
4.3.2 Materialien und Prüfeinrichtung, die allen Verfahren gemein sind	9
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 (Befüllbarer Beutel) und für Verfahren 4 (Umgekehrter 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	27
4.6.3	Analysetoleranzen	29
4.6.4	Präzision.....	29
5	Prüfbericht.....	29
Anhang A (normativ) Kontaktdauer- und Temperaturltoleranzen		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 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	36
D.3.1	Klimatisierung der Prüfmuster	36
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 (prEN 1186-2:2020) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 194 „Bedarfsgegenstände in Kontakt mit Lebensmitteln“ erarbeitet, dessen Sekretariat von AFNOR gehalten wird.

Dieses Dokument ist derzeit zur CEN-Umfrage vorgelegt.

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 Anwenden 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.

Dieses Dokument wird 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 ersetzen.

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;

nach Kontakt mit einem Prüflebensmittel unter festgelegten Bedingungen bestimmt.

Je nach der Art der Werkstoffe oder 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).

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 — Single-volume pipettes*

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die folgenden Begriffe.

ANMERKUNG 1 zum Begriff Hier werden nur Begriffe definiert, die nicht in der Verordnung der Europäischen Kommission über Kunststoffmaterialien enthalten sind.

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

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

**3.1
gebrauchsfertiger Gegenstand**
Gegenstand, der so verkauft wird, dass er entweder ohne jede Vorbereitung oder mit nur minimaler 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

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 gewägt 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 mit Öl in Kontakt gebracht, das auf Temperaturen von über 4 °C und unter 175 °C gehalten wird, sodann aus dem Öl herausgenommen, durch Abwischen von oberflächlich anhaftendem Öl befreit und erneut gewogen.

Die Prüfmuster halten üblicherweise absorbiertes Öl zurück; dieses wird extrahiert und nach Überführen in die 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) 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, 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 vorzuziehen sein, ihn zuzuschneiden, um Probleme bei der Handhabung und beim Wägen oder die Verwendung von allzu großen Mengen Öl zu vermeiden.

4.2 Reagenzien

4.2.1 Allgemeines

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

4.2.2 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.

4.2.3 Extraktionslösemittel

4.2.3.1 Als Lösemittel für die erste Extraktion aller Arten von Kunststoffen wird Pentan empfohlen.

4.2.3.2 Diethylether.

4.2.3.3 Als Lösemittel für polare Kunststoffe, wie z. B. Polyamid und Polyoxymethylen, wird ein azeotropes Gemisch aus Pentan 98 % und Ethanol 96 % im Volumenverhältnis 95/5 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.

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

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

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

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

4.2.7 n-Heptan.

4.2.8 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 mindestens 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 $20^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$.

ANMERKUNG Für eine relative Luftfeuchte von 50 % eignet sich eine 43 % w/v-Lösung von Schwefelsäure in Wasser und für eine relative Luftfeuchte von 80 % eine 27 % w/v-Schwefelsäurelösung.

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.

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

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

4.3.2.9 Wasserbad, geeignet zur Aufnahme 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-Hexadecansäuremethylester (Methylpalmitoleat); C18:0, Octadecansäuremethylester (Methylstearat); C18:1, 9-Octadecansäuremethylester (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 Mikrometer;
- Säule 2, nicht polare Säule, BP1, Länge 25 m, Innendurchmesser 0,32 mm, mit einer Filmdicke von 1 Mikrometer;
- 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 80 mesh bis 100 mesh Diatomeenerde 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 großlumige 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 nicht rostendem 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 Verschlusssystem (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, 50 ml und 100 ml, die die in ISO 648 festgelegten Anforderungen an Klasse B erfüllen, oder automatische Pipetten mit gleichwertiger Leistung.

4.3.4 Materialien für Verfahren 1 (Vollständiges Eintauchen)

4.3.4.1 Halterungen für die Prüfmuster, z. B. aus nicht-rostendem Stahl, die in der Lage sind, die Prüfstücke fest und voneinander getrennt zu halten und gleichzeitig eine vollständige Benetzung mit dem Öl sicherzustellen.

4.3.4.2 Siebblech, z. B. feines Drahtgeflecht aus nicht-rostendem Stahl, mit einer Maschenweite von 1 mm und Maßen von etwa 25 mm × 100 mm.

4.3.4.3 Glasstäbe, z. B. mit einem Durchmesser von 2 mm bis 3 mm und einer Länge von etwa 100 mm, um sie zwischen die Prüfstücke einzuführen.

4.3.4.4 Glasperlen, z. B. mit einem Durchmesser von 2 mm bis 3 mm.

4.3.5 Materialien für Verfahren 2 (Zelle)

4.3.5.1 Migrationszelle

- mit einer Prüfmuster-Kontaktfläche von mindestens 0,5 dm²;
- mit einem Oberfläche/Volumen-Verhältnis für das Prüfmuster von mindestens 1 dm²/50 ml;
- der Blindwert muss kleiner als 5 mg/l sein.

4.3.6 Materialien für Verfahren 3 (Befüllbarer Beutel) und für Verfahren 4 (Umgekehrter Beutel)

Heiß- oder Drucksiegelgerät zur Herstellung von Beuteln.

4.3.7 Materialien für Verfahren 5 (Befüllen eines Behälters)

Glasbehälter.

4.4 Vorbereitung der Prüfmuster

4.4.1 Allgemeines

Die Prüfmuster müssen sauber und frei von Oberflächenverunreinigungen sein (viele Kunststoffe können infolge statischer Aufladung leicht Staub anziehen). Vor der Vorbereitung der Prüfmuster ist die Probe durch vorsichtiges Abwischen mit einem flusenfreien Tuch oder Abbürsten mit einer weichen Bürste oder mit Hilfe eines Druckluftstroms von allen etwaigen Oberflächenverunreinigungen zu befreien.

Die Probe darf grundsätzlich nicht mit Wasser oder Lösemittel gewaschen werden. Sind den Gegenständen jedoch Anweisungen beigelegt, in denen dem Anwender geraten wird, diese Gegenstände vor der Benutzung zu reinigen, so sollten diese Anweisungen für die Prüfung befolgt werden, es sei denn, sie raten dazu, den Gegenstand mit Öl abzureiben: In diesem Fall sollten die Anweisungen nicht befolgt werden, soweit das Öl in die Gesamtmigration einbezogen würde.

Die Handhabung der Proben ist auf ein Mindestmaß zu reduzieren, und falls eine solche notwendig ist, sind Baumwollhandschuhe zu tragen.

Sieben Prüfmuster sind für Proben in Form von dünnen Filmen, Platten, ausgeschnittenen Teilen von Behältern oder ähnlichen Gegenständen erforderlich. Neun Prüfmuster mit einander ähnlichen Maßen sind erforderlich für Proben von Gegenständen mit unregelmäßiger Form.

Diese Prüfmuster sind wie folgt zu verwenden:

- a) vier Prüfmuster für die Migrationsprüfung;
- b) ein Prüfmuster zur Bestimmung der Eignung des Öls als fetthaltiges Prüflebensmittel und Triheptadecanoin als interner Standard (siehe Anhang B);
- c) mindestens ein Prüfmuster zur Überprüfung auf mögliche Verluste an flüchtigen Substanzen, falls die Probe keine Phase in einem Vakuumofen durchläuft;
- d) zwei Prüfmuster für die Bestimmung der Oberfläche im Falle von Proben mit unregelmäßiger Form.

Falls die Klimatisierung nach Anhang D durchgeführt wird, ist ein zusätzliches Prüfmuster erforderlich.

Wenn frühere Untersuchungen gezeigt haben, dass eine Störung bei der Gaschromatographie unwahrscheinlich ist und Anhang B übersprungen werden kann, ist ein Prüfmuster weniger erforderlich.

Für die Berechnung des Mittelwertes sind mindestens drei gültige Prüfergebnisse erforderlich. Dreifachprüfungen sind gestattet, aber in diesem Fall muss das gesamte Verfahren wiederholt werden, wenn ein Prüfergebnis sich als ungültig erweist.

Die Fläche jedes Prüfmusters ist auf $0,01 \text{ dm}^2$ zu bestimmen und zu protokollieren.

Falls das Ergebnis in mg/kg anzugeben ist, sind der Flächeninhalt der Kontaktfläche und das Volumen des Gegenstandes zu bestimmen und zu protokollieren.

Um drei validierte Ergebnisse zu erhalten und Ungenauigkeiten Rechnung zu tragen, die bei der Durchführung, z. B. infolge Verunreinigung oder Verlust von Öl während der Probenaufarbeitungsschritte, auftreten können und unter Umständen schwer nachzuweisen sind, sollten vier Bestimmungen durchgeführt werden mit der Möglichkeit, das Ergebnis eines Prüfmusters zu verwerfen.

ANMERKUNG Die beiden Prüfmuster c) werden verwendet, um zu überprüfen, ob die Probe durch das Verdampfen flüchtiger Anteile, wie z. B. Lösemittel, während der Prüfzeit an Masse verliert. Wird das in Anhang D festgelegte Vakuumtrocknungsverfahren durchgeführt, so sind diese Prüfmuster nicht erforderlich, weil bei der Vakuumtrocknung alle flüchtigen Anteile der Prüfmuster entfernt werden.

4.4.2 Vorbereitung der Prüfmuster und Bestimmung der Kontaktfläche

4.4.2.1 Allgemeines

Es wird empfohlen, eine Oberfläche von 1 dm^2 und ein Volumen von 100 ml zu verwenden. Abweichungen sollten aufgezeichnet und begründet werden. Falls notwendig, kann das Prüfmuster in Stücke zerschnitten werden.

Die Prüfmuster müssen sauber und frei von Oberflächenverunreinigungen sein (viele Kunststoffe können infolge statischer Aufladung leicht Staub anziehen).

4.4.2.2 Verfahren 1: Vollständiges Eintauchen

4.4.2.2.1 Allgemeines

Mit Hilfe des Werkzeugs 4.3.3.4 sind Prüfmuster von $1 \text{ dm}^2 \pm 0,01 \text{ dm}^2$ auszuschneiden. Ist dies nicht möglich, so sind Stücke auszuschneiden, die geeignet sind, um Probekörper mit einer Oberfläche von etwa 1 dm^2 zu erhalten.

Je nach Bedarf ist mit Hilfe von Drahtsieb, Glasstäben und/oder Prüfmusterhaltern sicherzustellen, dass die Prüfstücke gründlich voneinander getrennt und ihre Oberflächen während der Prüfung ohne jede Behinderung dem Öl ausgesetzt sind.

Falls der Flächeninhalt der Prüfmusterkanten 10 % der gemessenen Fläche des Prüfmusters überschreitet, wird er in die Flächenberechnung mit einbezogen.

4.4.2.2.2 Folien und Platten

Jedes Prüfmuster ist unter Verwendung des Längenmessgeräts 4.3.3.5 in vier Prüfstücke von 25 mm × 100 mm zu schneiden.

4.4.2.2.3 Behälter und andere Gegenstände

Aus den Wänden des Behälters oder Gegenstandes sind Abschnitte auszuschneiden, so dass Prüfmuster mit einer Fläche von jeweils etwa 1 dm² erhalten werden. Im Falle von Gegenständen mit Einzelflächen kleiner als 1 dm² ist eine ausreichende Anzahl an Gegenständen zu verwenden, um ein Prüfmuster zu erhalten. Die Maße jedes Prüfmusters sind mit Hilfe eines geeigneten Messgeräts auf 1 mm zu messen.

Die Fläche jedes Prüfmusters ist auf 0,01 dm² zu berechnen und zu protokollieren. Falls notwendig, ist jedes Prüfmuster in kleinere Teile zu zerschneiden, damit sie in die Glasbehälter passen. Die Prüfmuster oder -stücke werden auf die Prüfmusterhalter gelegt oder können, wenn sie hinreichend steif sind, auch ohne Auflagerung geprüft werden.

Die Anzahl der Zuschnitte sollte begrenzt werden.

4.4.2.2.4 Gegenstände mit unregelmäßiger Form

Es sind repräsentative Teile des Gegenstandes oder im Falle kleinerer Gegenstände mehrere Exemplare auszuwählen, um fünf Prüfmuster mit identischen Maßen mit einer Gesamtfläche von mindestens 1 dm² zu erhalten. An zwei dieser Prüfmuster ist nur die für den Kontakt mit Lebensmitteln vorgesehene Fläche nach dem in EN ISO 8442-2:1997, Anhang B beschriebenen Schlegel-Verfahren oder nach dem von Mieth und Hoekstra (JRC-2013) beschriebenen Verfahren oder einem anderen geeigneten Verfahren auf 0,05 dm² zu messen. Der Flächeninhalt jedes Prüfmusters ist zu protokollieren.

4.4.2.3 Verfahren 2: Zelle

Die Probe ist mit der für den Kontakt mit dem Öl vorgesehenen Seite nach oben auf die Schneidunterlage zu legen.

Mit Hilfe der Schneidevorrichtung ist das Prüfmuster mit für die Zelle geeigneten Maßen auszuschneiden.

4.4.2.4 Verfahren 3: Befüllbarer Beutel

Es ist ein Beutel herzustellen, der eine innere Kontaktfläche von 2 dm² hat und sich für die Aufnahme eines geeigneten Ölvolumens eignet.

Hierfür ist z. B. eine Platte mit den Maßen 120 mm × 240 mm so zu falten, dass die zu prüfende Oberfläche nach innen weist, und die anderen 3 Seiten sind so zu versiegeln, dass die innerhalb der Schweißnähte befindliche Fläche ein Quadrat mit den Maßen 100 mm × 100 mm bildet; danach ist eine Ecke des Beutels abzuschneiden, um diesen mit Öl füllen zu können (nach dem Befüllen darf die Ecke des Beutels versiegelt werden).

Ein alternatives Verfahren ist, nur 2 Seiten zu versiegeln und die verbleibende Seite erst nach dem Befüllen mit Öl zu versiegeln.

Ein weiteres alternatives Verfahren ist, zwei Platten mit den Maßen 120 mm × 120 mm zu verwenden und 4 Versiegelungen vorzunehmen.

Falls erforderlich, sind etwaige im Öl enthaltene Luftblasen zu entfernen, bevor der befüllte Beutel abschließend versiegelt wird.

Die Innenmaße des auf diese Weise hergestellten Beutels sind zu messen und die Flächeninhalte der dem Öl ausgesetzten Oberflächen auf 0,01 dm² zu berechnen. Diese Messungen dürfen nach der Exposition gegenüber dem Öl durchgeführt werden.

Über die versiegelte Fläche überstehende Folie ist zu entfernen (um die Fläche der Folie zu verringern, die dem Öl nicht direkt ausgesetzt ist), wobei ausreichend Material zu belassen ist, damit den Prüfbedingungen ohne Undichtheit standgehalten wird.

Im Falle von Klebefolien, bei denen nur eine Seite zu prüfen ist, darf das Verfahren des umgekehrten Beutels angewendet werden.

Für diese Prüfung können Beutel mit anderen Maßen als 100 mm × 100 mm verwendet werden. Diese Beutel müssen, wenn irgend möglich, eine Kontaktfläche größer oder gleich 1 dm² haben.

4.4.2.5 Verfahren 4: Umgekehrter Beutel

Die Beutel sind so vorzubereiten, dass die für den Kontakt mit dem Öl vorgesehene Seite nach außen weist. Diese Beutel müssen eine Kontaktfläche von 2 dm² haben, z. B. indem eine Platte mit den Maßen 120 mm × 240 mm so gefaltet wird, dass die zu prüfende Oberfläche nach innen weist, und die anderen 2 Seiten so versiegelt werden, dass die innerhalb der Schweißnähte befindliche Fläche ein Quadrat mit den Maßen 100 mm × 100 mm bildet. Danach ist der Beutel umzukehren und die 4. Seite zu versiegeln.

Ein alternatives Verfahren ist, zwei Platten mit den Maßen 120 mm × 120 mm zu verwenden, 3 Versiegelungen vorzunehmen und danach den Beutel umzukehren und die 4. Seite zu versiegeln.

Die Außenmaße des auf diese Weise hergestellten Beutels sind zu messen und die Flächeninhalte der dem Öl ausgesetzten Oberflächen auf 0,01 dm² zu berechnen.

Auf Undichtigkeiten kann visuell untersucht werden, indem jeweils vor der letzten Versiegelung in jeden umgekehrten Beutel ein Stück Filterpapier gegeben wird; das Filterpapier absorbiert das Öl und zeigt auf diese Weise eine etwaige Undichtigkeit an.

4.4.2.6 Verfahren 5: Befüllen eines Behälters

Ist der Gegenstand groß, so kann es vorzuziehen sein, ihn zuzuschneiden, um Probleme bei der Handhabung und beim Wägen oder die Verwendung von allzu großen Mengen Öl zu vermeiden; es kann vorzuziehen sein, ihn so zuzuschneiden, dass die mit dem Öl in Kontakt kommende Oberfläche des Prüfmusters höchstens 3 dm² beträgt.

Erfolgt ein solcher Zuschnitt, so ist darauf zu achten, dass die Schnittkanten des Prüfmusters nicht mit Öl in Kontakt kommen. Es ist wichtig, dass die mit dem Öl in Kontakt kommende Fläche bestimmt wird, weil sie später in die Berechnung einbezogen wird.

Jedes Prüfmuster ist auf der Außenseite vorsichtig mit einem Kennzeichnungscode zu versehen.

Falls nur ein Teil des Prüfmusters geprüft wird, sollte dieser Teil in Bezug auf die Zusammensetzung und die Wand- oder Schichtdicke repräsentativ für das ganze Prüfmuster sein.

Falls das Migrationsergebnis in mg/kg anzugeben ist, muss das Prüfmuster aus einer ausreichenden Anzahl an Gegenständen bestehen, um mindestens 100 ml des Öls enthalten zu können.

Falls das Migrationsergebnis in mg/dm² anzugeben ist, muss das Prüfmuster aus einer ausreichenden Anzahl an Gegenständen bestehen, um eine Oberfläche mit einem Flächeninhalt von mindestens 1 dm² darstellen zu können.

Es ist der Flächeninhalt der Oberfläche zu bestimmen, die bei der Befüllung mit dem Nennvolumen, sofern dieses bekannt ist, oder bei der Befüllung bis 5 mm unterhalb der Oberkante des Prüfmusters, falls das Nennvolumen unbekannt ist, mit dem Öl in Kontakt kommt.

Im Falle von Gegenständen mit einem Volumen kleiner als 100 ml oder einem Flächeninhalt kleiner als 1 dm² sollte dies das Ergebnis der Multiplikation der Oberfläche eines Gegenstandes mit der Anzahl an Gegenständen, die ein Prüfmuster bilden, sein.

Ist der Gegenstand groß, so kann es vorzuziehen sein, das Prüfmuster zuzuschneiden, um Probleme bei der Handhabung und beim Wägen oder die Verwendung von allzu großen Mengen Öl zu vermeiden.

4.5 Verfahren

4.5.1 Allgemeines

Die Anwendbarkeit des Verfahrens ist nach dem in Anhang B beschriebenen Verfahren zu bestimmen. Falls früher durchgeführte Prüfungen ergeben haben, dass das Verfahren anwendbar ist, darf Anhang B übersprungen werden.

Vor dem Wägen sind etwaige elektrostatische Aufladungen mit Hilfe einer Antistatikpistole oder anderen geeigneten Mitteln abzuleiten.

4.5.2 Anfangswägung der Prüfmuster

Es ist festzustellen, ob eine Klimatisierung der Prüfmuster notwendig ist:

- aufgrund eines Gehalts an flüchtigen Anteilen, der größer als 2 mg/dm² ist: In diesem Fall ist das Flussdiagramm 1 zu befolgen, indem das in Anhang C beschriebene Verfahren durchgeführt wird;
- aufgrund der Feuchtigkeitsempfindlichkeit: In diesem Fall ist das Flussdiagramm 2 zu befolgen, indem das in Anhang D beschriebene Verfahren durchgeführt wird;
- aufgrund eines Gehalts an flüchtigen Anteilen und einer Feuchtigkeitsempfindlichkeit über 2 mg/dm²: In diesem Fall ist das Flussdiagramm 3 zu befolgen.

ANMERKUNG 1 Lange Klimatisierungszeiten sind wegen der Oxydation des Öls, die während längerer Klimatisierung auftreten kann, unerwünscht.

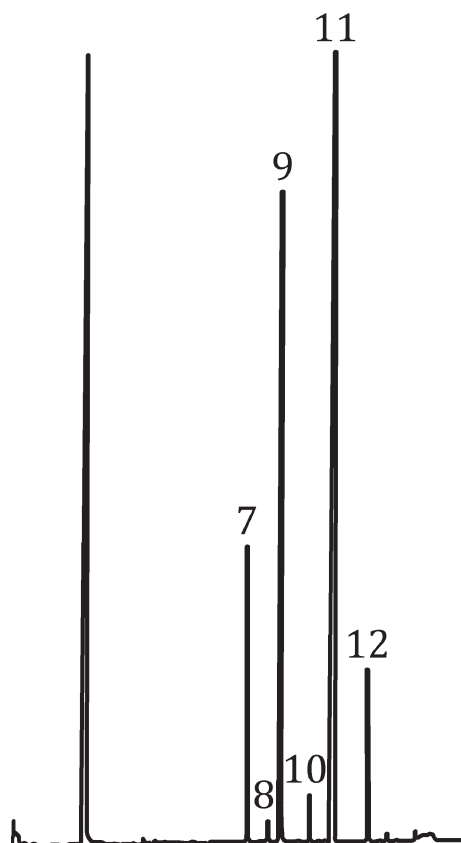


Bild 1 — Prüfung auf Anwesenheit von flüchtigen Anteilen und Bestimmung der Masse von feuchtigkeitsunempfindlichen Prüfmustern

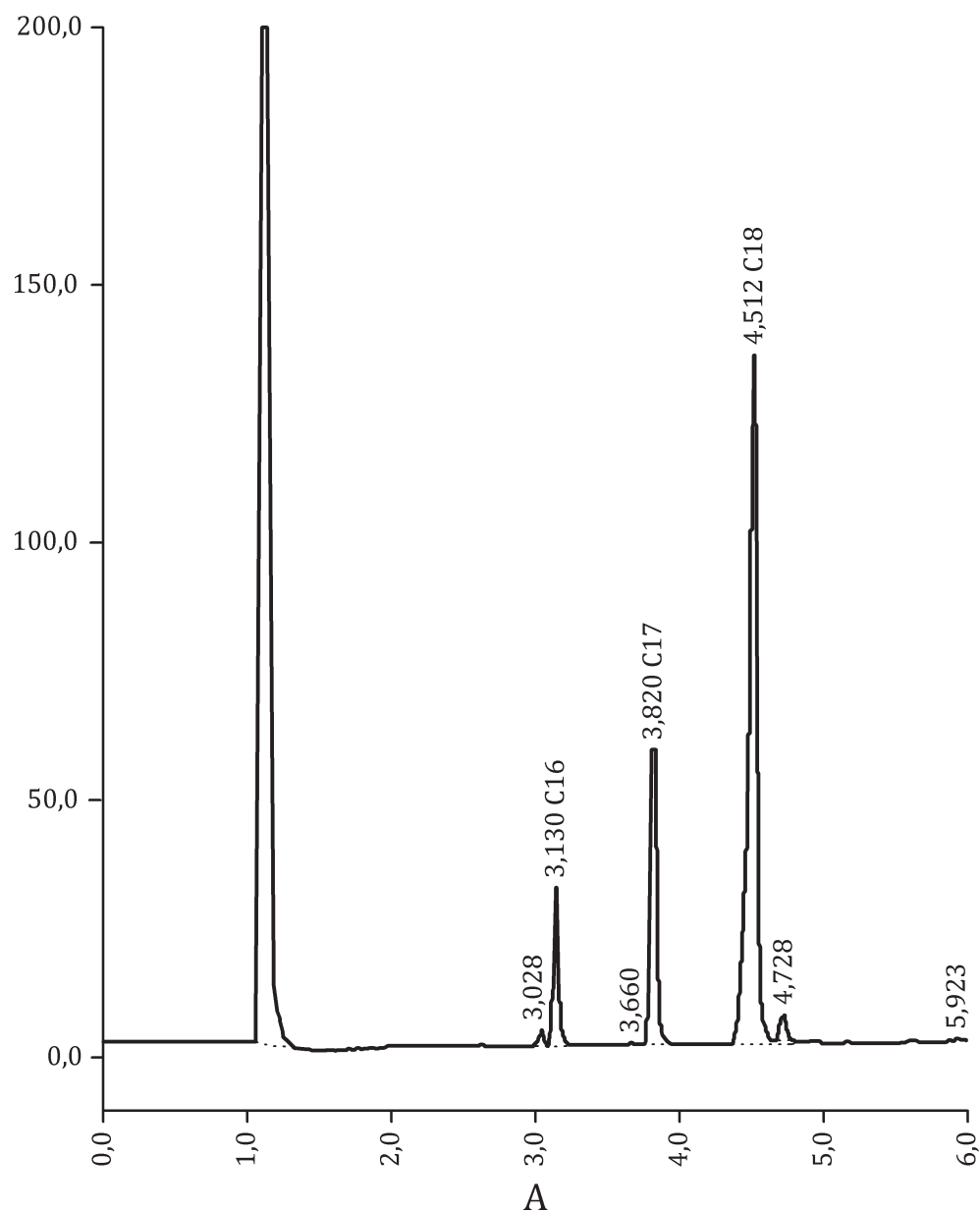


Bild 2 — Prüfung der Feuchteempfindlichkeit von Prüfmustern und Bestimmung der Masse von Prüfmustern in Abwesenheit von flüchtigen Anteilen

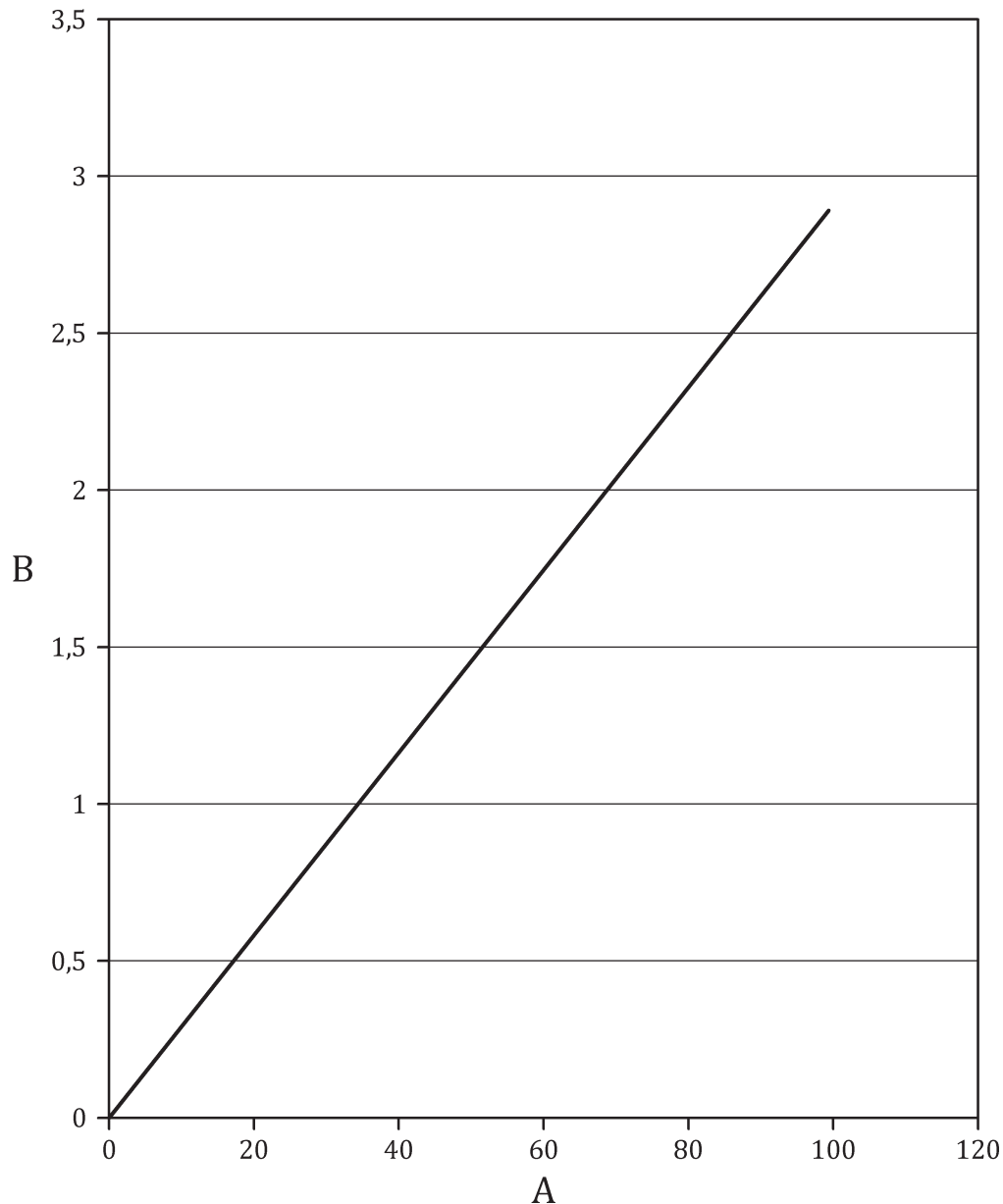


Bild 3 — Bestimmung der Masse von feuchtigkeitsempfindlichen Prüfmustern mit flüchtigen Anteilen

4.5.3 Exposition gegenüber dem Öl

4.5.3.1 Allgemeines

Allgemeine Anforderungen an alle Expositionsverfahren sind, dass:

- die Menge an während der Exposition verloren gehenden flüchtigen Anteilen;
- mögliche Störungen von im Verlauf der Messung des absorbierten Öls aus dem Prüfmuster extrahierten Substanzen zu bestimmen sind.

Zu diesem Zweck müssen zwei Prüfmuster den Prüfbedingungen ausgesetzt werden, ohne mit dem Öl in Kontakt zu gelangen. Danach müssen diese Prüfmuster demselben Verfahren unterzogen werden wie die mit dem Öl in Kontakt gebrachten Prüfmuster.

4.5.3.2 Verfahren 1: Vollständiges Eintauchen Verfahren 4: Umgekehrter Beutel

6 der Glasbehälter sind zu nehmen und zum Zwecke der Identifizierung zu kennzeichnen. In jeden der Glasbehälter ist mit Hilfe eines Messzylinders die geeignete Menge Öl einzumessen, und danach sind die Glasbehälter mit Hilfe des Stopfens zu verschließen.

Ersatzweise sind die Glasbehälter für eine geeignete Ölmenge zu kennzeichnen und bis zu dieser Marke mit Öl zu befüllen. In einen der Glasbehälter ist ein Thermometer oder Thermoelement einzuführen, und die Behälter sind mit dem Stopfen zu verschließen. Die 6 Glasbehälter und zwei leere Glasbehälter sind in den auf die Prüftemperatur eingestellten herkömmlichen Ofen zu stellen. Darin sind sie so lange zu belassen, bis das Öl die Prüftemperatur angenommen hat, wobei die Temperatur mit Hilfe des Thermometers oder Thermoelements zu überwachen ist. Alle Glasbehälter sind aus dem herkömmlichen Ofen zu entnehmen, und in vier der Glasbehälter, die Öl enthalten, sind gewägte Prüfmuster einzusetzen, die, falls notwendig, nach 4.1.1 vorbereitet und klimatisiert wurden. Die Glasbehälter sind mit dem Stopfen zu verschließen. Es ist sicherzustellen, dass die Prüfmuster vollständig in Öl eingetaucht sind. Ist das nicht der Fall, so sind entweder Glasperlen oder Glasstäbe einzusetzen, um den Öl-Spiegel anzuheben, bis das vollständige Eintauchen erreicht ist.

Das Öl im fünften Glasbehälter dient als Bezug für die Erstellung der Kalibrierkurve (siehe 4.5.6.2.2). Das Öl im sechsten Glasbehälter wird zur Überprüfung der Temperatur des Öls verwendet. Wenn Glasperlen oder Glasstäbe zur Anhebung des Öl-Spiegels zum Erreichen eines vollständigen Eintauchens eingesetzt wurden, dann sollten ähnliche Glasperlen oder Glasstäbe auch dem sechsten Glasbehälter zugegeben werden.

Die beiden verbleibenden Prüfmuster sind in die leeren Glasbehälter einzusetzen, und diese sind mit dem Stopfen zu verschließen.

Die acht Glasbehälter sind erneut in den auf die Prüftemperatur eingestellten herkömmlichen Ofen zu stellen.

Diese Arbeitsschritte sollten in möglichst kurzer Zeit durchgeführt werden, um einen übermäßigen Wärmeverlust zu vermeiden.

Am Ende der Expositionszeit sind die Glasbehälter aus dem herkömmlichen Ofen herauszuholen und unmittelbar darauf die Prüfmuster aus den Glasbehältern zu entnehmen. Von Prüfmustern, die in Öl gelagert wurden, ist das Öl abtropfen zu lassen. Anhaftendes Öl ist durch vorsichtiges Abtupfen zwischen Filterpapieren zu entfernen. Das Abtupfen ist so lange fortzusetzen, bis sich auf dem Filterpapier keine Fettflecken vom Öl mehr zeigen. Bei Prüfmustern, die auf Träger aufgebracht waren, sind die einzelnen Prüfstücke von den Trägern abzunehmen, um diesen Arbeitsvorgang durchzuführen. Die Träger sind durch Waschen mit Extraktionslösemittel zu reinigen und die Prüfstücke dann wieder anzubringen.

4.5.3.3 Verfahren 2: Zelle

Ein geeignete Menge Öl ist in einem Glasbehälter in einem herkömmlichen Ofen unter Überwachung der Temperatur mit Hilfe eines Thermometers oder Thermoelements zu erwärmen. Das Öl ist darin zu belassen, bis es die Prüftemperatur erreicht hat. Nachdem die vorgesehene Temperatur erreicht ist, ist der die geeignete Ölmenge enthaltende Glasbehälter aus dem herkömmlichen Ofen herauszuholen. Das Thermometer oder Thermoelement ist aus dem Glasbehälter zu entnehmen.

Die Prüfmuster sind in die Migrationszellen zu geben. Das heiße Öl ist zuzugeben, und die Migrationszellen sind in den vorgeheizten Ofen zu stellen. Die Zellen und das Prüflebensmittel sind auf eine Temperatur möglichst nahe der Prüftemperatur vorzuwärmen. Außerdem werden zwei Glasbehälter mit Öl und ein Glasbehälter mit zwei Prüfmustern in den Ofen gestellt. Das Öl im ersten Glasbehälter dient als Bezug für die Erstellung der Kalibrierkurve. Das Öl im zweiten Glasbehälter wird zur Überprüfung der Temperatur des Öls verwendet. Die beiden im dritten Glasbehälter befindlichen Prüfmuster werden zur Messung der flüchtigen Anteile verwendet, und eines dieser beiden Prüfmuster wird zur Bestimmung der bei der chromatographischen Analyse auftretenden Störungen verwendet.

ANMERKUNG Es kann notwendig sein, die Migrationszellen und Glasbehälter vorzuwärmen.

Diese Arbeitsschritte sollten in möglichst kurzer Zeit durchgeführt werden, um einen übermäßigen Wärmeverlust zu vermeiden.

Am Ende der Expositionszeit sind die Migrationszellen und die Glasbehälter aus dem herkömmlichen Ofen herauszuholen, das Öl ist auszugießen, und unmittelbar darauf sind die Prüfmuster aus den Zellen zu entnehmen. Bei Prüfmustern, die dem Öl ausgesetzt waren, ist das Öl abtropfen zu lassen. Anhaftendes Öl ist durch vorsichtiges Abtupfen zwischen Filterpapieren zu entfernen. Das Abtupfen ist so lange fortzusetzen, bis sich auf dem Filterpapier keine Fettflecken vom Öl mehr zeigen. Alle Prüfmuster sind in einem Klima mit geregelter Temperatur und Feuchtigkeit aufzubewahren.

4.5.3.4 Verfahren 3: Befüllbarer Beutel

Es sind 5 Glasbehälter zu nehmen. In jeden der Glasbehälter ist mit Hilfe eines Messzylinders die geeignete Menge Öl einzumessen, und danach sind die Glasbehälter mit Hilfe des Stopfens zu verschließen.

Falls notwendig, sollte der Beutelhalter vor der Verwendung mit Hilfe von Lösemitteln, wie z. B. Aceton und/oder Reinigungsmitteln, gereinigt werden. Bei schwierig zu entfernenden Ölen sind Marken-Lösemittelmischungen zu verwenden.

Ersatzweise sind die Glasbehälter für eine geeignete Ölmenge zu kennzeichnen und bis zu dieser Marke mit Öl zu befüllen. Die fünf Glasbehälter und der Beutelhalter sind in den auf die Prüftemperatur eingestellten herkömmlichen Ofen zu stellen.

ANMERKUNG 1 Bei den Beuteln können Undichtigkeiten auftreten, und es ist ratsam, den herkömmlichen Ofen mit einer Tropfschale auszustatten.

Darin sind sie so lange zu belassen, bis das Öl die Prüftemperatur angenommen hat, wobei die Temperatur mit Hilfe des Thermometers oder Thermoelements zu überwachen ist

Der Beutelhalter ist aus dem herkömmlichen Ofen zu entnehmen, und die Prüfmuster sind zwischen den Abschnittshaltern zu positionieren.

Vier der Öl enthaltenden Prüfröhrchen sind aus dem herkömmlichen Ofen zu entnehmen, und in vier der Prüfmusterbeutel ist ausreichend Öl zu pipettieren, um den Beutel zu füllen. Diese Menge muss etwa 100 ml betragen, bei dicken/halbstarren Werkstoffen ist die Menge jedoch geringer.

Das Öl im fünften Glasbehälter dient als Bezug für die Erstellung der Kalibrierkurve.

Die beiden verbleibenden Beutel werden in den Beutelhalter eingespannt.

Der die sechs Beutel enthaltende Beutelhalter ist erneut in den auf die Prüftemperatur eingestellten herkömmlichen Ofen zu stellen.

Diese Arbeitsschritte sollten in möglichst kurzer Zeit durchgeführt werden, um einen übermäßigen Wärmeverlust zu vermeiden.

Am Ende der Expositionszeit sind der Beutelhalter und die das Öl enthaltenden Glasbehälter aus dem herkömmlichen Ofen herauszuholen.

Tritt bei mehr als einem Beutel eine offensichtliche Undichtigkeit auf, so ist die Prüfung ungültig und muss wiederholt werden.

Falls bei mindestens drei Beuteln keine offensichtliche Undichtigkeit aufgetreten ist, sind die Prüfmuster-Beutel aus dem Halter zu nehmen.

Das Öl ist aus allen Beuteln auszugießen, und übergelaufenes Öl ist von der Außenseite mit Filterpapier abzuwischen. Der Reihe nach ist jeder der vier Beutel zu nehmen, auf die Schneidunterlage zu legen und mit dem Schneidwerkzeug vorsichtig mittels Durchschneiden einer Schicht entlang der inneren Kanten der Schweißnähte zu öffnen.

Die beiden Teile jedes Prüfmusters sind zu nehmen, und anhaftendes Öl ist durch leichtes Pressen zwischen Filterpapieren zu entfernen. Das Pressen ist so lange fortzusetzen, bis sich auf dem Filterpapier keine Fettflecken vom Öl mehr zeigen.

4.5.3.5 Verfahren 5: Befüllen eines Behälters

Ein Glasbehälter, der ein ausreichendes Volumen an Öl enthält, ist in den auf die Prüftemperatur eingestellten herkömmlichen Ofen zu stellen und darin zu belassen, bis die Prüftemperatur erreicht ist.

Jedes Prüfmuster ist auf eine saubere, ölfreie Fläche zu legen, und es sind vier Prüfmuster bis 0,5 cm unterhalb der Oberkante oder, sofern bekannt, bis zum Nennvolumen mit Öl zu befüllen. In eins der befüllten Prüfmuster ist ein Thermometer oder Thermoelement einzuführen.

In einen Glasbehälter ist eine ausreichende Menge Öl zu füllen, die als Bezugsnorm für die Erstellung der Kalibrierkurve dient.

Die 4 befüllten Prüfmuster und die beiden leeren Prüfmuster sowie das Referenzöl sind in den auf die Prüftemperatur eingestellten herkömmlichen Ofen zu geben.

Dieser Teil des Arbeitsgangs sollte in möglichst kurzer Zeit durchgeführt werden, um einen übermäßigen Wärmeverlust zu vermeiden.

Am Ende der Expositionszeit sind die Prüfmuster und der Glasbehälter aus dem herkömmlichen Ofen herauszuholen, und unmittelbar darauf ist das Öl enthaltende Prüfmuster zu entleeren und abtropfen zu lassen. Anhaftendes Öl ist durch vorsichtiges Abtupfen zwischen Filterpapieren zu entfernen. Das Abtupfen ist so lange fortzusetzen, bis sich auf dem Filterpapier keine Fettflecken vom Öl mehr zeigen.

ANMERKUNG 2 Bei Expositionszeiten von 24 h oder länger ist es annehmbar, anstelle der Öltemperatur die Temperatur des Luftraums im herkömmlichen Ofen zu überwachen.

4.5.3.6 Wiederholte Exposition

Im Falle von Gegenständen, die für den wiederholten Kontakt mit Lebensmitteln vorgesehen sind, ist das Verfahren, bei dem dieselbe Probe wiederholt einem frischen Öl ausgesetzt wird, nicht praktikabel, weil dieses Verfahren für die Entfettung die Anwendung einer Lösemittelextraktion erfordert. Aus diesem Grunde wird die Prüfung an drei Reihen von ähnlichen Prüfmustern aus der Probe des Werkstoffs oder Gegenstandes durchgeführt. Eine der Prüfmusterreihen wird der für Gegenstände für den einmaligen Gebrauch vorgesehenen Prüfung nach dem Bezugsverfahren unterzogen, und der Mittelwert wird protokolliert (M1). Die zweite und dritte Reihe werden in genau gleicher Weise wie das erste beansprucht, es unterscheidet sich nur die Expositionszeit. Tatsächlich wird die zweite Prüfmusterreihe für eine Dauer beansprucht, die 2-mal so lang ist wie die der ersten Prüfmusterreihe (M2), und die dritte für eine Dauer, die 3-mal so lang ist wie die erste (M3).

Die Migration als Ergebnis des zweiten oder dritten Zeitraums wird wie folgt berechnet:

- durch den ersten Zeitraum verursachte Migration = M1;
- durch den zweiten Zeitraum verursachte Migration = M2 – M1;
- durch den dritten Zeitraum verursachte Migration = M3 – M2.

Es wird davon ausgegangen, dass die Migration in das fetthaltige Prüflebensmittel nicht angestiegen ist, wenn M1 von den Ergebnissen ($M3 - M2$) und ($M2 - M1$) um höchstens die analytische Toleranz überschritten wird.

Die wahren Werte für M1, M2 oder M3 sind aufgrund der dem Verfahren innewohnenden fehlenden Präzision unsicherheitsbehaftet. Systematische Fehler in der Bestimmung der Gesamtmigration gelten wahrscheinlich gleichermaßen für die Bestimmung von M1, M2 oder M3 und brauchen daher nicht berücksichtigt zu werden. Zufällige Fehler dagegen müssen anerkannt und berücksichtigt werden.

4.5.4 Endwägung der Prüfmuster

4.5.4.1 Alle sechs Prüfmuster, d. h. die vier, die mit Öl in Kontakt gekommen waren, sind zu wägen, und die Masse jedes Prüfmusters ist zu protokollieren.

4.5.4.2 Falls aufgrund von Feuchtigkeitsempfindlichkeit vor der Anfangswägung eine Klimatisierung vorgenommen wurde, ist zur Bestimmung des Endgewichts das in D.4 beschriebene Verfahren anzuwenden.

4.5.5 Extraktion des absorbierten Öls

Es sind Kolben in einer für den zur Extraktion zu verwendenden Soxhlet-Extraktor geeigneten Größe zu nehmen, und in jeden Kolben sind mit Hilfe einer Pipette 10 ml der Lösung des internen Standards Triheptadecanoin oder, falls mehr als 100 mg Öl vorhanden sind, eine größere Menge einzufüllen.

Wenn die Prüfmuster mehr als 100 mg Öl zurückgehalten haben, sind 10,0 ml der Lösung des internen Standards für eine optimale Präzision bei der gaschromatographischen Bestimmung nach der Extraktion nicht ausreichend. Vor Beginn der in diesem Abschnitt festgelegten Arbeitsschritte sollte eine Abschätzung des in den Prüfmustern zurückgehaltenen Öls durch Vergleich der Endmassen der Prüfmuster mit ihren Anfangsmassen durchgeführt werden. Falls dies als notwendig erachtet wird, kann die Menge an Lösung des internen Standards über 10 ml hinaus erhöht werden, obgleich es von entscheidender Bedeutung ist, dass für jedes Prüfmuster die gleiche Menge verwendet wird und dass diese Menge auch mit den Öl-Standards für die Aufstellung der Kalibrierkurve (siehe 4.5.6.2.2) verwendet wird. Als Anhaltswert werden etwa 0,5 mg des internen Standards für jeweils 1 mg extrahierten Öls benötigt.

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

Es ist Extraktionslösemittel in ausreichender Menge zuzugeben, um einen Umlauf im Soxhlet-Extraktor zu ermöglichen, und es sind Siedeperlen zur Regulierung des Siedens hinzuzufügen.

Die Prüfmuster, die in Kontakt mit Öl gewesen sind, sind in vier Soxhlet-Exraktoren zu geben. An jeden Soxhlet ist ein wie oben beschrieben vorbereiteter Kolben, der den internen Standard enthält, anzuschließen. Mit Hilfe von entweder einem Wasserbad oder einem Dampfbad oder von Heizhauben ist die Extraktion für einen Zeitraum von 7_0^{+1} h mit mindestens 6 Umläufen je Stunde durchzuführen, wobei sichergestellt sein muss, dass die Prüfstücke im Lösemittel während jedes Soxhlet-Umlaufs vollständig eingetaucht sind und dass sie voneinander getrennt bleiben.

Bei Verwendung von manuellen Soxhlet-Exraktoren ist das gesamte Lösemittel ablaufen zu lassen, sind die Kolben aus den Soxhlet-Exraktoren zu entnehmen und ist das Lösemittel mit Hilfe eines Rotationsverdampfers oder einer einfachen Destillationsapparatur auf etwa 10 ml einzudampfen. Das verbleibende Lösemittel und der das extrahierte Öl enthaltende Rückstand sowie der interne Standard sind in getrennte 50-ml-Kolben zu überführen, und jeder dieser Kolben ist mit 3 Portionen von jeweils 5 ml Lösemittel zu waschen. Die drei Waschportionen sind den betreffenden einzelnen 50-ml-Kolben hinzuzufügen. Mit Hilfe eines Dampfbades oder eines Wasserbades ist bis zur Trockne einzudampfen.

ANMERKUNG 1 Um eine Oxidation des Öls soweit wie möglich zu vermeiden, kann das Abdampfen des Lösemittels bis zur Trockne unter schonenden Temperaturbedingungen durchgeführt werden.

Es ist eine zweite Extraktion der Prüfmuster für einen zusätzlichen Zeitraum von 7 h unter Zusatz einer weiteren Menge der Lösung des internen Standards durchzuführen. Falls notwendig, ist ein in höherem Maße polares Lösemittel zu verwenden, um die Extraktion des Öls abzuschließen.

ANMERKUNG 2 Es wird die gleiche Menge an Lösung des internen Standards verwendet wie bei der ersten 7-stündigen Extraktion. Diese Menge ist möglicherweise nicht optimal, wenn in der ersten 7-stündigen Extraktion eine große Menge an Öl abfällt. Eine gute Präzision ist bei der zweiten 7-stündigen Bestimmung nicht erforderlich, weil diese primär dazu dient, die Wirksamkeit der ersten 7-stündigen Extraktion zu überprüfen und unter Verwendung derselben Menge an internem Standard eine Kalibrierkurve zu erstellen.

ANMERKUNG 3 Wenn frühere Untersuchungen oder wissenschaftliche Beweise gezeigt haben, dass während der ersten Extraktion das gesamte Öl aus den Prüfmustern extrahiert wird, kann auf die zweite Extraktion verzichtet werden.

Die Rückstände sind in 50-ml-Kolben unter Anwendung des oben beschriebenen Verfahrens zu isolieren.

Nach der ersten Extraktion sind die Prüfmuster für die zweite Extraktion in den Soxhlet-Extraktoren zu belassen. Das bei der ersten und der zweiten Extraktion extrahierte Öl ist nach dem in 4.5.6 beschriebenen Verfahren zu bestimmen.

ANMERKUNG 4 Es können auch andere Extraktionsverfahren (Ausrüstung, Lösemittel, Bedingungen) angewendet werden, falls die Fähigkeit der Extraktion nachgewiesen ist und eine weitere Umesterung gleichwertige Ergebnisse zeigt.

4.5.6 Bestimmung des extrahierten Öls

4.5.6.1 Herstellung der Fettsäuremethylester

Jedem der 50-ml-Kolben, die den Rückstand der ersten 7-Stunden-Extraktion enthalten, sind mit Hilfe eines Messzylinders 10 ml $\pm$ 0,2 ml *n*-Heptan zuzugeben, und durch Schütteln, Erwärmen oder Behandlung mit Ultraschall ist sicherzustellen, dass die Rückstände an Öl und die aus den Kunststoffen extrahierbaren Anteile gelöst oder gut verteilt sind.

ANMERKUNG 1 Sind die Rückstände in den Kolben im *n*-Heptan nicht gelöst oder gut verteilt, so lässt sich eine quantitative Hydrolyse oder Methylierung des Öls und des internen Standard unter den beschriebenen Bedingungen möglicherweise nicht erreichen, das gilt besonders, wenn diese Rückstände mehr als 50 mg an aus den Kunststoffen extrahierbaren Anteilen enthalten. Der interne Standard reagiert dann mit den aus den Kunststoffen extrahierbaren Anteilen unter Umständen nicht im selben Maß wie das Öl, weswegen es gegebenenfalls nicht möglich ist, richtige Ergebnisse für das Öl zu erhalten.

Mit Hilfe eines Messzylinders oder einer Messspritze sind 10 ml $\pm$ 0,2 ml der Kaliumhydroxid-Lösung zuzusetzen und einige Siedeperlen hinzuzufügen. Der Kolben ist mit einem Kühler zu verbinden, und die Mischung ist für eine Dauer von 10 min $\pm$ 1,0 min unter Rückfluss zu kochen.

Durch den Kühler sind mit Hilfe eines Messzylinders oder einer Messspritze 5,0 ml $\pm$ 0,2 ml der methanolischen Lösung von Bortrifluorid zuzusetzen, und die Mischung ist für eine Dauer von 2 min $\pm$ 0,25 min unter Rückfluss zu kochen.

Es ist auf Raumtemperatur abzukühlen, und mit Hilfe eines Messzylinders sind 15 ml bis 20 ml gesättigter Natriumsulfat-Lösung zuzusetzen und kräftig zu schütteln. Dann ist weitere Natriumsulfat-Lösung zuzufügen, bis der Flüssigkeitsspiegel den Kolbenhals erreicht hat. Die Kolben müssen ruhig stehen bleiben, bis sich die Phasen getrennt haben.

ANMERKUNG 2 Die Methylester für die anschließende gaschromatographische Bestimmung befinden sich in der oberen, der *n*-Heptan-Phase.

Die Rückstände aus der zweiten 7-Stunden-Extraktion sind wie oben beschrieben zu behandeln.