

DIN EN 1186-3



ICS 67.250

Entwurf

Einsprüche bis 2020-06-10
Ersatzvermerk
siehe unten

**Werkstoffe und Gegenstände in Kontakt mit Lebensmitteln –
Kunststoffe –
Teil 3: Prüfverfahren für die Gesamtmigration in verdampfbaren
Simulanzien;
Deutsche und Englische Fassung prEN 1186-3:2020**

Materials and articles in contact with foodstuffs –
Plastics –

Part 3: Test methods for overall migration in evaporable simulants;
German and English version prEN 1186-3:2020

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 1186-3:2002-07, DIN EN 1186-5:2002-07, DIN EN 1186-7:2002-07, DIN EN 1186-9:2002-07, DIN EN 1186-14:2002-12 und DIN EN 1186-15:2002-12

Gesamtumfang 55 Seiten

DIN-Normenausschuss Materialprüfung (NMP)

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (prEN 1186-3:2020) 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 1186-3:2002-07, DIN EN 1186-5:2002-07, DIN EN 1186-7:2002-07, DIN EN 1186-9:2002-07, DIN EN 1186-14:2002-12 und DIN EN 1186-15:2002-12 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) Zusammenführung des vorherigen Teil 3 „Prüfverfahren für die Gesamtmigration in wässrige Prüflebensmittel durch völliges Eintauchen“, sowie des bisherigen 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 9 „Prüfverfahren für die Gesamtmigration in wässrige Prüflebensmittel durch Füllen des Gegenstandes“, Teil 14 „Bestimmung der Gesamtmigration aus Kunststoffen, die für den Kontakt mit fettigen Lebensmitteln bestimmt sind, unter Verwendung der Prüfmedien Isooctan und 95 %igem Ethanol“ und Teil 15 „Alternative Prüfverfahren zur Bestimmung der Migration in fettige Prüflebensmittel durch Schnellextraktion in Isooctan und/oder 95 %iges Ethanol“ in einer Norm;
- b) Entfernung der im Dokument aufgenommenen gesetzlichen Bestimmungen, um zu vermeiden, dass das Dokument nach einer Aktualisierung der Verordnung der EU-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 veraltet ist;
- c) das Prüfverfahren wurde an die in der neuen EU-Verordnung festgelegten Bedingungen im Hinblick auf die Bestimmung der Gesamtmigration in Prüflebensmittel angepasst;
- d) 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*

— Leerseite —

Werkstoffe und Gegenstände in Kontakt mit Lebensmitteln — Kunststoffe — Teil 3: Prüfverfahren für die Gesamtmigration in verdampfbaren Simulanzien

Materials and articles in contact with foodstuffs — Plastics — Part 3: Test methods for overall migration in evaporable simulants

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 (im herkömmlichen Ofen oder unter Rückflussbedingungen)	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	7
4.2 Reagenzien	7
4.3 Materialien und Prüfeinrichtung	8
4.3.1 Allgemeines	8
4.3.2 Materialien und Prüfeinrichtung, die allen Verfahren gemein sind	8
4.3.3 Materialien, die alle Verfahren mit Ausnahme der Befüllung eines Behälters gemein haben	8
4.3.4 Materialien für Verfahren 1a (Vollständiges Eintauchen im herkömmlichen Ofen)	9
4.3.5 Materialien für Verfahren 1b (Vollständiges Eintauchen unter Rückflussbedingungen)	9
4.3.6 Materialien für Verfahren 2 (Zelle)	9
4.3.7 Materialien für Verfahren 3 (Befüllbarer Beutel) und Verfahren 4 (Umgekehrter Beutel)	9
4.3.8 Materialien für Verfahren 5 (Befüllen eines Behälters)	9
4.4 Probekörper	10
4.4.1 Allgemeines	10
4.4.2 Vorbereitung der Prüfmuster und Bestimmung der Kontaktfläche	10
4.5 Lagerung im Prüflebensmittel	13
4.5.1 Verfahren 1a: Vollständiges Eintauchen im herkömmlichen Ofen	13
4.5.2 Verfahren 1b: Vollständiges Eintauchen unter Rückflussbedingungen	13
4.5.3 Verfahren 2: Zelle	14
4.5.4 Verfahren 3: Befüllbarer Beutel	14
4.5.5 Verfahren 4: Umgekehrter Beutel	14
4.5.6 Verfahren 5: Befüllen eines Behälters	15
4.5.7 Spülen der Prüfmuster und der Behälter der Blindproben	15
4.5.8 Wiederholte Exposition	15
4.5.9 Allgemeine Empfehlungen	15
4.5.10 Allgemeine Anforderungen	16
4.6 Bestimmung der migrierten Menge	16
4.6.1 Vorbereitung der Schalen	16
4.6.2 Eindampfverfahren	16
4.6.3 Destillationsverfahren	17
4.7 Angabe der Ergebnisse	17
4.7.1 Allgemeines	17
4.7.2 Rechenverfahren	18
4.7.3 Analysetoleranzen und Präzision	21

5	Prüfbericht.....	21
	Anhang A (normativ) Alkoholverdünnungstabelle	22
A.1	Alkoholverdünnungstabelle.....	22
A.2	Kontaktdauer- und Temperaturtoleranzen.....	24
	Anhang B (informativ) Präzisionsdaten	26
	Literaturhinweise.....	27

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (prEN 1186-3:2020) 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 1186-3:2002, EN 1186-5:2002, EN 1186-7:2002, EN 1186-9:2002, EN 1186-14:2002 und EN 1186-15:2002 ersetzen.

Gegenüber den vorigen Ausgaben wurden die folgenden technischen Änderungen vorgenommen:

- die behördlichen Vorgaben, die in das Dokument aufgenommen wurden, um zu verhindern, dass es nach einer Aktualisierung der Verordnung obsolet wird, wurden gestrichen;
- das Prüfverfahren wurde an die neuen in der Verordnung festgelegten Bedingungen angepasst;
- die 8 vorhergehenden Normen, die verdampfbare Simulanzen verwenden und auf demselben Messprinzip beruhen, wurden in einem Dokument zusammengefasst.

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 verdampfbaren Prüflebensmitteln in Kontakt gebracht werden, die auf einer Temperatur von größer oder gleich 4 °C und nicht über der Rückflusstemperatur gehalten werden.

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.

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

3.9

verdampfbare Simulanzien

alternative und zum Screening zu verwendende Simulanzien/Lösemittel, z. B. Isooctan und 95 % Ethanol

Anmerkung 1 zum Begriff: Wässrige Prüflebensmittel sind in der Verordnung definiert.

4 Prüfverfahren

4.1 Kurzbeschreibung

4.1.1 Allgemeines

Die Gesamtmigration eines Werkstoffs oder eines gebrauchsfertigen Gegenstandes aus Kunststoff, die für den Kontakt mit Lebensmitteln vorgesehen sind, wird bestimmt, indem Prüfmuster unter Prüfbedingungen, die auf der Basis des ungünstigsten Gebrauchsszenarios gewählt wurden, mit verdampfbaren Prüflebensmitteln in Kontakt gebracht werden und der Trockenrückstand des eingedampften Prüflebensmittels gewogen wird.

Die Expositionsbedingungen der Prüfmuster liegen im Bereich zwischen 4 °C und der in der Verordnung angegebenen Höchsttemperatur.

Je nach Art der Probe werden die Prüfungen nach einem der folgenden Kontaktverfahren durchgeführt:

4.1.2 Verfahren 1: Vollständiges Eintauchen (im herkömmlichen Ofen oder unter Rückflussbedingungen)

4.1.2.1 Allgemeines

Es werden Prüfmuster von bekanntem Flächeninhalt in das Prüflebensmittel getaucht. Dieses Verfahren eignet sich am besten für Proben 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

4.1.2.2 Verfahren 1a: Vollständiges Eintauchen im herkömmlichen Ofen

Dieses Verfahren eignet sich für Prüfungen im Bereich zwischen 4 °C und der in der Verordnung angegebenen Höchsttemperatur.

4.1.2.3 Verfahren 1b: Vollständiges Eintauchen unter Rückflussbedingungen

Dieses Verfahren eignet sich nur für Prüfungen am Siedepunkt des Prüflebensmittels und im Allgemeinen für kürzere Zeiträume (von z. B. bis zu 4 h).

4.1.3 Verfahren 2: Zelle

Es werden Prüfmuster von bekanntem Flächeninhalt in einer Zelle mit dem Prüflebensmittel 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 bekanntem Flächeninhalt in Beutelform werden mit dem Prüflebensmittel 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 bekanntem Flächeninhalt in Form von umgekehrten Beuteln werden in das Prüflebensmittel getaucht; dieses Verfahren eignet sich für Kunststoffe in Form von Folien oder Platten, bei denen die Oberflächen durch Anwendung von Wärme oder Druck so versiegelt werden können, dass ein umgekehrter Beutel entsteht. Ist die Temperatur des Prüflebensmittels größer oder gleich 70 °C, so müssen, falls das Probenmaterial dies zulässt, wegen des Drucks des Prüflebensmittels, der bei hohen Temperaturen zu Undichtigkeiten der Beutel führen kann, anstelle der befüllbaren Beutel die umgekehrten Beutel verwendet werden.

4.1.6 Verfahren 5: Befüllen eines Behälters

Prüfmuster von bekanntem Flächeninhalt werden mit dem Prüflebensmittel gefüllt; dieses Verfahren eignet sich am besten für Kunststoffe in Form von befüllbaren Behältern und Gegenständen.

4.2 Reagenzien

Die im Folgenden festgelegten Reagenzien müssen bei atmosphärischem Druck und bei einer Temperatur kleiner oder gleich 105 °C verdampfbar sein und beim Eindampfen bis zur Trockne und der bei einer Temperatur zwischen 105 °C und 110 °C bis zur Massenkonstanz erfolgenden Lagerung im Exsikkator einen nicht flüchtigen Rückstand von weniger als 5 mg/l aufweisen. Der nicht flüchtige Rückstand eines Prüflebensmittels muss beim Eindampfen bis zur Trockne und der bei einer Temperatur zwischen 105 °C und 110 °C bis zur Massenkonstanz erfolgenden Lagerung im Exsikkator kleiner als 5 mg/l sein.

- gereinigtes Wasser: Wasser von Millipore-Q-Güte oder gleichwertig;
- 3 % Essigsäure (w/v) in wässriger Lösung: Die Lösung wird z. B. durch Verdünnen von 30 g Eisessig in gereinigtem Wasser hergestellt, um einen Liter der Lösung zu erhalten;
- Wasser-Alkohol-Lösungen (10 %, 20 %, 50 % und 95 %) werden nach Anhang A, Tabelle A.1 hergestellt;
- Isooctan.

ANMERKUNG Es können auch andere Arten von verdampfenden Flüssigkeiten als Simulanzien für Lebensmittel verwendet werden, sofern sie nach der Verordnung zugelassen sind.

4.3 Materialien und Prüfeinrichtung

4.3.1 Allgemeines

Die Eigenschaften der für die Prüfungen verwendeten Ausrüstung dürfen keine Störung der Messungen verursachen. Der durch die Ausrüstung bedingte Gesamt-Massetransport muss kleiner als 5 mg/l des Prüflebensmittels sein. Die Ausrüstung muss auf geeignete Art und Weise gereinigt werden.

4.3.2 Materialien und Prüfeinrichtung, die allen Verfahren gemein sind

4.3.2.1 Analysenwaage, die sich mindestens auf 0,1 mg ablesen lässt.

4.3.2.2 Thermostatisch geregelter Ofen, Inkubator oder Kühlschrank, der in der Lage ist, die Temperatur innerhalb der in A.2 festgelegten Toleranzen zu halten.

4.3.2.3 Schalen aus Glas, Glaskeramik, Keramik, rostfreiem Stahl, Nickel, Aluminium, Platin, Platinlegierung oder Gold mit einem Durchmesser von 50 mm bis 90 mm und einer Masse von höchstens 100 g zum Eindampfen der Prüflebensmittel und zum Wägen der Rückstände. Glas-, Glaskeramik- oder Keramikschalen dürfen unter der Voraussetzung verwendet werden, dass die Oberflächenbeschaffenheit so ist, dass die Massen der Schalen nach dem Eindampfen der entsprechenden festgelegten Prüflebensmittel und anschließender Klimatisierung im Exsikkator innerhalb von $\pm 0,5$ mg konstante Werte ergeben.

ANMERKUNG Nicht alle Werkstoffe sind für alle verdampfenden Simulanzien geeignet.

4.3.2.4 Wasserbad, Heizplatte, Destillationsapparatur oder Rotationsverdampfer zum Eindampfen des Prüflebensmittels am Ende des Prüfzeitraums.

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

4.3.2.6 Flusenfreies Tuch oder weiche Bürste oder Druckreinluftgenerator.

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 geeigneter 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 andere geeignete Vorrichtung.

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, das sich auf 1 mm ablesen lässt.

4.3.3.6 Glasbehälter zur Aufnahme des Prüflebensmittels und der Prüfmuster, z.B. in Form eines Prüfröhrchens mit Schliffhals, einem Innendurchmesser von etwa 35 mm und einer Länge im Bereich von 100 mm bis 200 mm ohne den Schliffhals oder eines Kolbens mit Schliffhals von geeigneter Größe.

4.3.3.7 Pipetten, 50 ml und 100 ml, die die in ISO 648 festgelegten Anforderungen an Klasse B erfüllen, oder automatische Pipetten mit gleichwertiger Leistung oder Messzylinder.

4.3.4 Materialien für Verfahren 1a (Vollständiges Eintauchen im herkömmlichen Ofen)

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 Prüflebensmittel 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 1b (Vollständiges Eintauchen unter Rückflussbedingungen)

4.3.5.1 Kolben mit Schliffhals von geeigneter Größe.

4.3.5.2 Kühler passend zu den Kolben.

4.3.5.3 Heizgerät, um die Prüflebensmittel während der Exposition auf der Rückflusstemperatur zu halten.

4.3.5.4 Glasfilter, mit einer Porengröße von 100 Mikrometer bis 160 Mikrometer.

4.3.5.5 Vorrichtung, die verhindert, dass das Prüfmuster mit dem erwärmten Glaskolben in Berührung kommt.

4.3.6 Materialien für Verfahren 2 (Zelle)

Für angemessene Zellen gelten die folgenden Anforderungen:

- der Blindwert muss kleiner als 5 mg/l sein;
- mit einer Prüfmuster-Kontaktfläche von mindestens 0,5 dm² mit Nutzung einer Reihe von Zellen, um mindestens 0,5 dm² zu erreichen.

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

4.3.7.1 Heiß- oder Drucksiegelgerät zur Herstellung von Beuteln.

4.3.7.2 Beutelhalter.

4.3.8 Materialien für Verfahren 5 (Befüllen eines Behälters)

Glasbehälter von geeigneter Größe.

4.4 Probekörper

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 Prüfmuster dürfen 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.

Es ist eine Anzahl an Prüfmustern zu verwenden, die ausreicht, um ein gültiges Ergebnis zu erhalten.

Im Falle von Gegenständen mit Einzelflächen kleiner als 1 dm^2 ist eine ausreichende Anzahl an Gegenständen zu verwenden, um einen Flächeninhalt von 1 dm^2 zu erhalten.

Der Flächeninhalt 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.

4.4.2 Vorbereitung der Prüfmuster und Bestimmung der Kontaktfläche

4.4.2.1 Allgemeines

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

ANMERKUNG Vor der Vorbereitung der Prüfmuster können alle Oberflächenverunreinigungen durch vorsichtiges Abwischen mit einem flusenfreien Tuch oder Abbürsten mit einer weichen Bürste entfernt werden.

Empfohlen werden ein Flächeninhalt von 1 dm^2 und ein Volumen von 100 ml.

4.4.2.2 Verfahren 1: Vollständiges Eintauchen im herkömmlichen Ofen oder unter Rückflussbedingungen

4.4.2.2.1 Allgemeines

Mit Hilfe einer Schneideschablone sind Prüfmuster von 1 dm^2 ($\pm 0,01 \text{ dm}^2$) auszuschneiden. Ist dies nicht möglich, so sind Stücke auszuschneiden, die geeignet sind, um Probekörper mit einem Flächeninhalt 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 Prüflebensmittel ausgesetzt sind.

4.4.2.2.2 Folien und Platten

Für das Verfahren im herkömmlichen Ofen ist jedes Prüfmuster mit Hilfe des Werkzeugs 4.3.2.5 in vier Stücke mit den Maßen 25 mm × 100 mm zu zerschneiden.

Für das Verfahren unter Rückflussbedingungen ist jedes Prüfmuster, sofern notwendig, in kleinere Stücke zu zerschneiden.

4.4.2.2.3 Behälter und andere Gegenstände

Aus den Wänden des Behälters oder Gegenstandes sind Stücke auszuschneiden, so dass Prüfmuster mit einem Flächeninhalt von jeweils etwa 1 dm² erhalten werden. Im Falle von Gegenständen mit Flächeninhalten von jeweils kleiner als 1 dm² ist eine ausreichende Anzahl an Gegenständen zu verwenden, um einen Flächeninhalt von 1 dm² zu erhalten. Die Maße jedes Prüfmusters sind mit Hilfe des Werkzeugs 4.3.2.5 auf 1 mm zu messen.

Der Flächeninhalt jedes Prüfmusters ist auf 0,01 dm² zu berechnen und zu protokollieren. Falls notwendig, ist jedes Prüfmuster in kleinere Stücke zu zerschneiden, damit diese in die Glas-Prüfröhrchen passen. Die Prüfmuster oder -stücke werden auf die Prüfmusterhalter gelegt oder können, sofern die Prüfmuster hinreichend steif sind, auch ohne Auflagerung geprüft werden.

Die Anzahl der Zuschnitte sollte möglichst klein sein.

4.4.2.2.4 Gegenstände mit unregelmäßigem Umriss

Es sind repräsentative Teile des Gegenstandes oder im Falle kleinerer Gegenstände mehrere Exemplare auszuwählen, um fünf Prüfmuster mit identischen Maßen zu erhalten. Der Flächeninhalt jedes Prüfmusters sollte mindestens 1 dm² betragen. Es ist nur der Flächeninhalt der für den Kontakt mit Lebensmitteln vorgesehenen Prüfmuster 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 Prüflebensmittel vorgesehenen Seite nach oben auf die Schneidunterlage zu legen. Mit Hilfe der Schneidevorrichtung ist ein 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 Prüflebensmittelvolumens von etwa 100 ml eignet.

Hierfür ist z. B. eine Platte mit den Maßen 120 mm mal 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 mal 100 mm bildet; danach ist eine Ecke des Beutels abzuschneiden, um diesen mit dem Prüflebensmittel 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 dem Prüflebensmittel zu versiegeln.

In jedem Fall sind Luftblasen beim abschließenden Versiegeln des Füllbeutels zu beseitigen.

Die Oberfläche des Beutels, die mit dem Prüflebensmittel in Kontakt kommen wird, ist zu messen und zu protokollieren.

Über die versiegelte Fläche überstehende Folie ist zu entfernen (um die Fläche der Folie zu verringern, die dem Prüflebensmittel 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

Es sind Beutel in einer Weise herzustellen, dass die für den Kontakt mit den Prüflebensmitteln vorgesehene Seite die Außenseite ist. Die Beutel müssen eine Kontaktfläche von 2 dm² haben, z. B. indem eine Platte mit den Maßen 120 mm mal 240 mm so gefaltet wird, dass die zu prüfende Seite nach innen weist, und die 2 parallelen Kanten so versiegelt werden, dass die Innenfläche ein Quadrat mit den Maßen 100 mm mal 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 mal 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.

Um auf Undichtigkeiten zu prüfen, ist es möglich, die in umgekehrten Beutel jeweils ein Stück Filterpapier von angemessener Größe zu geben. Falls die Beutel undicht sind, absorbiert das Papier das Prüflebensmittel, wodurch die Undichtigkeiten sichtbar werden.

4.4.2.6 Verfahren 5: Befüllen eines Behälters

4.4.2.6.1 Anzahl der Prüfmuster

4.4.2.6.1.1 Gegenstände mit einem Nennvolumen größer als 100 ml

Ein Gegenstand je Wiederholungsprüfung plus Gegenstände für die Bestimmung des Flächeninhalts.

4.4.2.6.1.2 Gegenstände mit einem Nennvolumen kleiner als 100 ml

Die Anzahl an Gegenständen, die erforderlich sind, um ein Prüfmuster zu erhalten, hängt von deren Volumen ab. Ein Prüfmuster muss aus einer ausreichenden Anzahl an Gegenständen bestehen, um mindestens 100 ml des Prüflebensmittels aufnehmen zu können.

Die Anzahl an Gegenständen, die ein Prüfmuster bilden, ist aufzuzeichnen.

4.4.2.6.2 Flächeninhalt eines einem Prüflebensmittel ausgesetzten Prüfmusters

Der bei der Befüllung mit dem Nennvolumen gegebene Flächeninhalt der für den Kontakt mit dem Prüflebensmittel vorgesehenen Oberfläche ist zu bestimmen.

Falls nicht das Nennvolumen verwendet wird, ist der bei der Befüllung mit dem festgelegten Volumen gegebene Flächeninhalt der für den Kontakt mit dem Prüflebensmittel vorgesehene Oberfläche zu bestimmen, wobei das Verhältnis von Oberfläche zu Volumen bei mindestens 1 dm²/100 ml gehalten werden muss.

ANMERKUNG Im Falle von Gegenständen mit einem Flächeninhalt kleiner als 1 dm² ist eine Anzahl an Gegenständen zu verwenden, mit der sich 1 dm² erhalten lässt.

4.5 Lagerung im Prüflebensmittel

4.5.1 Verfahren 1a: Vollständiges Eintauchen im herkömmlichen Ofen

Die Glasröhrchen sind zur Identifizierung jedes Prüfmusters und jeder Blindprobe zu kennzeichnen. Mit Hilfe eines 100-ml-Messzylinders sind in jedes Prüfröhrchen 100 ml des Prüflebensmittels einzumessen. Ein Thermometer oder Thermoelement ist in eines der Prüfröhrchen einzuführen, und alle Prüfröhrchen sind mit dem Stopfen zu verschließen. Die Prüfröhrchen sind in die auf die Prüftemperatur eingestellte, thermostatisch geregelte Wärmekammer zu geben und darin zu belassen, bis die Prüftemperatur erreicht ist.

ANMERKUNG Das Prüflebensmittel ist auf eine Temperatur möglichst nahe der Prüftemperatur vorzuwärmen.

Ein Prüfmuster ist in das das Prüflebensmittel enthaltende Prüfröhrchen zu geben. Das Thermometer oder Thermoelement ist in eines der Prüfröhrchen einzuführen, und die Prüfröhrchen sind mit dem Stopfen zu verschließen. Es ist sicherzustellen, dass die Prüfmuster vollständig in das Prüflebensmittel eingetaucht sind. Ist das nicht der Fall, so sind entweder Glasperlen oder Stäbe einzusetzen, um den Spiegel des Prüflebensmittels anzuheben, bis das vollständige Eintauchen erreicht ist. Der Füllstand des Simulans ist an den Prüfröhrchen zu kennzeichnen. Dieser Teil des Arbeitsgangs sollte in möglichst kurzer Zeit durchgeführt werden, um einen übermäßigen Wärmeverlust des Prüflebensmittels zu verhindern.

Alle Prüfröhrchen sind zurück in den auf die Temperatur eingestellten herkömmlichen Ofen zu geben, die dazu dient, die Kontakt-Prüftemperatur aufrechtzuerhalten. Es ist entweder die Temperatur des Prüflebensmittels zu überwachen oder die Temperatur des Ofens, sofern die Korrelation zwischen der Temperatur des Simulans und der Temperatur des Ofens ermittelt wurde. Das Prüflebensmittel muss die Prüftemperatur möglichst schnell, am besten innerhalb von 15 min erreichen. Die Zeit, die das Prüflebensmittel benötigt, um die Prüftemperatur zu erreichen, muss protokolliert werden. Die Prüfröhrchen sind für die gewählte Prüfdauer zu belassen.

Danach sind die Prüfröhrchen aus dem herkömmlichen Ofen zu nehmen. Der Füllstand des Prüflebensmittels in jedem der Prüfröhrchen ist zu überprüfen.

Falls weniger als 90 % des Anfangsvolumens des Prüflebensmittels zurückgewonnen werden, ist die Prüfung ungültig und muss mit frischen Prüfmustern wiederholt werden.

Falls das Prüfmuster aufgrund seiner Größe für die Verwendung von Prüfröhrchen ungeeignet ist, dürfen andere Glasbehälter verwendet werden, die für die Durchführung der Prüfungen unter gleichwertigen Bedingungen geeignet sind und sich verschließen lassen, ohne mit dem Prüflebensmittel in Wechselwirkung zu treten (ohne dessen Trockenrückstand nach dem Eindampfen zu erhöhen).

4.5.2 Verfahren 1b: Vollständiges Eintauchen unter Rückflussbedingungen

Es sind Kolben für die Prüfmuster und für die Blindproben zu nehmen und mit jeweils 100 ml des Prüflebensmittels aufzufüllen. Die Kolben sind unter die Heizhaube zu geben und mit den Kühlern zu verbinden. Die Wasserversorgung der Kühler ist einzuschalten.

Es ist zu überprüfen, ob die Prüfmuster vollständig in das Prüflebensmittel getaucht sind.

Die Kühler sind zu ersetzen, und die Heizhauben sind einzuschalten. Es ist so zu erwärmen, dass der Rückfluss innerhalb von 5 min erzielt wird. Es ist von entscheidender Bedeutung, dass mechanischer Abrieb durch schnelles Sieden (so genanntes Kochen bis zum Blasenwerfen) vermieden wird. Nach Einsetzen des Rückflusses sind die Prüfbedingungen in den Kolben über die gesamte Prüfdauer unter Berücksichtigung der in Anhang B angegebenen Toleranzen zu überprüfen.

Die Heizhauben und die Wasserversorgung der Kühler sind auszuschalten. Die Kolben sind aus den Heizhauben zu nehmen.