

DIN EN 17600



ICS 67.250; 85.060

Einsprüche bis 2020-11-11

Entwurf

**Papier und Pappe für den Kontakt mit Lebensmitteln –
Bestimmung der Farbechtheit von optisch aufgehelltem Papier und
Pappe –
Analyse durch Hochleistungsflüssigkeitschromatographie mit
Fluoreszenzdetektion;
Deutsche und Englische Fassung prEN 17600:2020**

Paper and board intended to come into contact with foodstuffs –
Determination of the fastness of fluorescent whitened paper and board –
Analysis by high-performance liquid chromatography with fluorescence detection;
German and English version prEN 17600:2020

Papiers et cartons destinés à entrer en contact avec des denrées alimentaires –
Détermination de la solidité des papiers et cartons blanchis fluorescents –
Analyse par chromatographie liquide à haute performance et détection par fluorescence;
Version allemande et anglaise prEN 17600:2020

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2020-09-11 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 npa@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 Papier, Pappe und Faserstoff (NPa), 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.

Gesamtumfang 27 Seiten

DIN-Normenausschuss Papier, Pappe und Faserstoff (NPa)

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (prEN 17600:2020) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 172 „Faserstoff, Papier und Pappe“ erarbeitet, dessen Sekretariat von DIN (Deutschland) gehalten wird.

Das zuständige deutsche Normungsgremium ist der Arbeitsausschuss NA 074-02-01 AA „Chemisch-technische Prüfverfahren für Papier, Pappe, Faserstoff und Chemiezellstoff“ im DIN-Normenausschuss Papier, Pappe und Faserstoff (NPa).

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.

Aktuelle Informationen zu diesem Dokument können über die Internetseiten von DIN (www.din.de) durch eine Suche nach der Dokumentennummer aufgerufen werden.

<i>Titel de:</i>	Papier und Pappe für den Kontakt mit Lebensmitteln — Bestimmung der Farbechtheit von optisch aufgehelltem Papier und Pappe — Analyse durch Hochleistungsflüssigkeitschromatographie mit Fluoreszenzdetektion
<i>Titel en:</i>	Paper and board intended to come into contact with foodstuffs — Determination of the fastness of fluorescent whitened paper and board — Analysis by high-performance liquid chromatography with fluorescence detection
<i>Titel fr:</i>	Papiers et cartons destinés à entrer en contact avec des denrées alimentaires — Détermination de la solidité des papiers et cartons blanchis fluorescents — Analyse par chromatographie liquide à haute performance et détection par fluorescence

Inhalt

	Seite
Europäisches Vorwort	3
1 Anwendungsbereich	4
2 Normative Verweisungen	4
3 Begriffe	4
4 Symbole und Abkürzungen	4
5 Kurzbeschreibung	4
6 Störungen	5
7 Prüfmaterialien und Prüfausrüstung	5
7.1 Allgemeines	5
7.2 Materialien	5
7.3 Geräte	5
8 Reagenzien	5
9 Herstellung der Kalibrierlösungen	6
9.1 Standardlösungen mit handelsüblichem individuellen Aufheller, 1 g/l	6
9.2 Individuelle Zwischenlösungen mit handelsüblichem Aufheller, 10 mg/l	6
9.3 Reinheit der Standardlösung	6
9.4 Kalibrierstandardlösungen des optischen Aufhellers	6
10 Probenahme	6
11 Vorbereitung der Durchschnittsprobe	7
12 Migrationsvorgang	7
13 Extraktion des Glasfaserpapiers	8
14 Chromatographisches Analyseverfahren	8
14.1 HPLC-Bedingungen	8
14.1.1 Chromatographische Parameter	8
14.1.2 Bedingungen für die Fluoreszenzdetektion	9
14.2 Kalibrierung	9
14.3 Analyse der Extrakte	9
14.4 Angabe der Ergebnisse	10
15 Präzisionsdaten	10
16 Prüfbericht	11
Anhang A (informativ) Beispiele verschiedener Arten von optischen Aufhellern	12

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (prEN 17600:2020) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 172 „Faserstoff, Papier und Pappe“ erarbeitet, dessen Sekretariat von DIN gehalten wird.

Dieses Dokument ist derzeit zur CEN-Umfrage vorgelegt.

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument beschreibt Verfahren zur Prüfung der Migration von optischen Aufhellern aus Papier und Pappe vorgesehen für den Kontakt mit Lebensmitteln. Das Verfahren beruht auf Flüssigkeitschromatographie mit Fluoreszenzdetektion zur Quantifizierung. Das Dokument ist anzuwenden für vier verschiedene Arten von optischen Aufhellern: Diaminostilbenhexasulfonat, Diaminostilbentetrasulfonat, Diaminostilbendisulfonat und Distyrylbiphenyl.

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 648, *Papier und Pappe vorgesehen für den Kontakt mit Lebensmitteln — Bestimmung der Farbechtheit von optisch aufgehelltem Papier und Pappe*

EN ISO 186, *Papier und Pappe — Probenahme zur Bestimmung der Durchschnittsqualität (ISO 186)*

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 <https://www.iso.org/obp>
- IEC Electropedia: verfügbar unter <http://www.electropedia.org/>

4 Symbole und Abkürzungen

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die folgenden Symbole und Abkürzungen.

FWA optischer Aufheller (en: fluorescent whitening agent)

ACN Acetonitril

DAS Diaminostilben

5 Kurzbeschreibung

Eine Durchschnittsprobe wird mit Glasfaserpapieren, die mit einer Prüfflüssigkeit gesättigt wurden, in Kontakt gebracht und für eine bestimmte Zeitspanne unter Belastung gesetzt. Bei den Prüfflüssigkeiten handelt es sich um Wasser, 3 %ige Essigsäure, 10 %iges Ethanol und 95 %iges Ethanol. Nach kurzer oder langer Kontaktdauer werden optische Aufheller aus der Glasfaser extrahiert und mittels Flüssigkeitschromatographie mit Fluoreszenzdetektion analysiert. Die vier verschiedenen Arten der analysierten optischen Aufheller sind Hexasulfonat, Tetrasulfonat, Disulfonat und Distyrylbiphenyl, ohne spezifische Trennung des optischen Aufhellers bei gleichem Sulfonierungsgrad.

6 Störungen

FWA sind extrem lichtempfindlich. Ein kurzer Kontakt mit UV-Licht kann diese Verbindungen isomerisieren und zerstören. Daher wird besonders darauf geachtet, jeglichen Kontakt mit Licht zu vermeiden. Um diese Störungen zu vermeiden, wird bei starker Dunkelheit gearbeitet oder Speziallicht ohne UV verwendet. Die Kolben müssen mit Aluminiumfolie geschützt werden.

7 Prüfmateriale und Prüfausrüstung

7.1 Allgemeines

Die verwendeten Materialien müssen FWA-frei sein.

BEISPIEL Gewöhnliche Laborglasgeräte könnten vor Gebrauch mit Wasser/Acetonitril 50/50 v/v gespült werden.

7.2 Materialien

Die folgenden Materialien müssen verwendet werden.

7.2.1 Pipette, 100 µl bis 1 000 µl.

7.2.2 Messkolben aus Braunglas, 50 und 100 ml.

7.2.3 Braunglasfläschchen mit teflonbeschichteter Kappe zum Einmalgebrauch.

7.2.4 25-ml-Kolben aus Braunglas.

7.2.5 Whatmann- oder MN-Glasfaser (in der Prüfphase bei CTP).

7.2.6 Glasplatten, 60 mm × 90 mm.

7.2.7 Polyethylenfolie, farblos und transparent.

7.2.8 Massestück, 1 kg.

7.3 Geräte

Die üblichen Laborgeräte und insbesondere folgende Geräte müssen verwendet werden.

7.3.1 Waage: Analysenwaage mit einer Fehlergrenze von 0,000 1 g.

7.3.2 Hochdruckflüssigkeitschromatograph.

7.3.3 Fluoreszenzdetektor.

7.3.4 Säule C18: zum Beispiel ODS, 250 mm × 4,6 mm, Partikelgröße 5 µm, 120 Å.

7.3.5 Vorsäule C18: zum Beispiel Hypersil ODS.

8 Reagenzien

Soweit verfügbar, werden Reagenzien, die analysenrein oder besser sind, verwendet. Dies wird durch Blindwertbestimmungen überprüft.

8.1.1 Wasser für die HPLC-Fluoreszenzdetektion.

8.1.2 Acetonitril CAS-Nr. 75-05-8.

8.1.3 Ammoniumacetat CAS-Nr. 631-61-8.

8.1.4 Destilliertes oder entionisiertes Wasser.

8.1.5 Essigsäure 3 % m/v.

8.1.6 Ethanol 95 % v/v.

8.1.7 Ethanol 10 % v/v.

8.1.8 Optische Aufheller (FWAs). Ein Beispiel verschiedener Arten von optischen Aufhellern ist in Anhang A angegeben.

9 Herstellung der Kalibrierlösungen

9.1 Standardlösungen mit handelsüblichem individuellen Aufheller, 1 g/l

Standardlösungen der einzelnen Komponenten werden hergestellt, indem etwa 100 mg eines Aufhellers in einen 100-ml-Messkolben eingewogen werden. Der Messkolben wird mit 50/50 v/v ACN/Wasser gefüllt, zum Auflösen geschüttelt und mit dem Lösemittel bis zur Markierung verdünnt. Der Kolben wird mit Aluminiumfolie vor Licht geschützt. Für jeden der verschiedenen FWA-Arten wird eine Lösung hergestellt.

Die Standardlösungen müssen lichtgeschützt bei 4 °C aufbewahrt und nach 1 Woche ersetzt werden.

9.2 Individuelle Zwischenlösungen mit handelsüblichem Aufheller, 10 mg/l

Für jede der 4 Standardlösungen wird 1 ml in einen 100-ml-Messkolben überführt und mit dem Lösemittel 50/50 v/v ACN/Wasser bis zur Markierung verdünnt. Der Kolben wird mit Aluminiumfolie geschützt.

Die 4 individuellen Zwischenlösungen müssen für die Analyse frisch hergestellt und vor Licht geschützt bei 4 °C aufbewahrt werden.

9.3 Reinheit der Standardlösung

Die Menge aktiver Verbindungen muss über den Lieferanten des optischen Aufhellers in Erfahrung gebracht werden.

9.4 Kalibrierstandardlösungen des optischen Aufhellers

Es müssen fünf Standardlösungen hergestellt werden, durch Überführung von jeweils: 0,125 ml; 0,25 ml; 0,5 ml und 1 ml der 4 individuellen Zwischenlösungen in 50-ml-Messkolben und 0,1 ml der 4 individuellen Zwischenlösungen in einen 100-ml-Messkolben; das Volumen wird mit dem Lösemittel eingestellt. Die jeweiligen Konzentrationen der Kalibrierstandardlösungen betragen: 10 µg/l; 25 µg/l; 50 µg/l; 100 µg/l und 200 µg/l von jedem FWA. Am Ende der Herstellung müssen die Kalibrierstandards vor Licht geschützt werden.

Die Kalibrierlösungen müssen immer frisch hergestellt und vor Licht geschützt bei 4 °C aufbewahrt werden.

10 Probenahme

Die Probenahme muss nach EN ISO 186 durchgeführt werden.

11 Vorbereitung der Durchschnittsprobe

Von der untersuchten Durchschnittsprobe werden mehrere Probekörper 50 mm × 20 mm durch Schneiden oder Ausstanzen entnommen, sodass glatte Kanten entstehen.

12 Migrationsvorgang

Die Migration muss mit 4 Simulanzlösemitteln durchgeführt werden:

- wässriges Simulanzlösemittel;
- alkoholisches Simulanzlösemittel: Ethanol 10 % v/v;
- fettiges Simulanzlösemittel: Ethanol 95 % v/v;
- saures Simulanzlösemittel: Essigsäure 3 % m/v.

WARNUNG — Die hier verwendeten Simulanzlösemittel unterscheiden sich von denjenigen in EN 648.

Zwei Blätter Glasfaserpapier (7.2.5) werden in eine Prüfflüssigkeit getaucht. Die Blätter werden nach der Sättigung herausgenommen und durch Abwischen am Gefäßrand von überschüssiger Flüssigkeit befreit.

Ein Blatt Glasfaserpapier wird mit der glatten Seite nach oben auf die Glasplatte (7.2.6) gelegt. Der Probekörper wird unmittelbar darauf gelegt und mit dem zweiten gesättigten Blatt Glasfaserpapier so bedeckt, dass auch hier die glatte Seite des Glasfaserpapiers mit dem Probekörper in Kontakt kommt. Eine zweite Glasplatte (7.2.6) wird aufgelegt, die gesamte Anordnung mit Polyethylenfolie (7.2.7) umwickelt, um ein Austrocknen der Ränder zu verhindern, mit einem Massestück von 1 kg (7.2.8) belastet und bei $(23 \pm 2)^\circ \text{C}$, geschützt vor direktem Lichteinfall, für eine bestimmte Zeit stehen gelassen. Beispiele für die Kontaktzeit sind in Tabelle 1 angegeben.

Sollen Probekörper mit einer flächenbezogenen Masse $> 140 \text{ g/m}^2$ untersucht werden, wird eine geeignete gerade Anzahl an Glasfaser-Papierlagen (7.2.5) verwendet, sodass die Summe ihrer flächenbezogenen Massen die flächenbezogene Masse des Probekörpers knapp übersteigt.

Die Anordnung wird aufgebaut, wobei jedes Glasfaserpapier einzeln gesättigt und abgewischt wird und so angeordnet wird, dass mit beiden Seiten des Probekörpers die gleiche Anzahl Glasfaserpapiere in Kontakt ist.

Nach Ablauf der Kontaktzeit wird die Anordnung auseinandergenommen. Die Glasfaserpapiere werden mit der Seite, die mit dem Probekörper in Kontakt war, nach oben auf 3 nebeneinander liegende Glasstäbe mit einem Durchmesser von 8 mm bis 10 mm gelegt, berührungslos abgedeckt, um Lichteinfall zu verhindern, und bei Umgebungstemperatur an der Luft trocknen gelassen.

Parallel dazu wird eine Blindmigration durchgeführt, wobei dasselbe Migrationsverfahren angewendet wird, jedoch ohne dass die Papierdurchschnittsprobe mit den Glasfaserpapieren in Kontakt kommt.

Beispiele für die Kontaktzeit sind in Tabelle 1 angegeben.