

Methoden zur Untersuchung von Papier, Karton und Pappe für Lebensmittelverpackungen und sonstige Bedarfsgegenstände

3 Bestimmung von metallischen Elementen

3.6 Vorbereitung zur Bestimmung von Aluminium im Wasserextrakt

Stand 04/2022

3.6.1 Allgemeine Angaben

Diese Methode macht Vorgaben zur Durchführung der Wasserextrakte und der anschließenden Probenbehandlung für die Bestimmung von Aluminium in Wasserextrakten.

3.6.2 Grundlagen des Verfahrens

Die Proben werden entsprechend DIN EN 645 kaltwasserextrahiert oder nach DIN EN 647 heißwasserextrahiert, dabei sind die Vorgaben der Methodensammlung Papier, Karton und Pappe des BfR zu beachten (1.2 Kaltwasserextrakt oder 1.3 Heißwasserextrakt). Spezifische Vorgaben für Aluminium werden in diesem Dokument behandelt.

3.6.3 Chemikalien und Lösungen

- als Wasser zur Extrakterstellung ist mind. Reinstwasser Typ I (10 M Ω ·cm bei 25 °C siehe DIN ISO 3696) einzusetzen
- Salpetersäure des Reinheitsgrades „zur Spurenanalyse“, z. B. frisch destilliert (70% m/m)
- 3,5%ige Salpetersäurelösung (v/v, in Reinstwasser Typ I)

3.6.4 Geräte

Vor erstmaliger Verwendung oder beim Auftreten von Blindwerten sind die entsprechenden Glasgeräte sorgfältig zu reinigen.

Folgende Vorgehensweise hat sich bewährt:

- alle Glasgefäße, die zur Filtration gebraucht werden, sind mit Reinstwasser zu spülen
- füllbare Gefäße werden mit der 3,5%igen Salpetersäurelösung befüllt und geschüttelt
- anschließend werden die Glasgefäße nochmals vollständig mit Salpetersäurelösung gefüllt und für 24 Stunden stehen gelassen
- die Glasgefäße sind gründlich mit Reinstwasser zu spülen
- die letzten beiden Verfahrensschritte sind zu wiederholen.

3.6.5 Probenahme und Probenvorbereitung

Bedruckte Endprodukte müssen vollständig oder mit einem repräsentativen Anteil verwendet werden.

3.6.6 Durchführung

Die Wasserextrakte werden gemäß den Vorgaben der allgemeinen Methoden zur Untersuchung von Papier, Karton und Pappen zum Kalt- bzw. Heißwasserextrakt unter Verwendung von Reinstwasser und der entsprechend gereinigten Glasgeräte hergestellt.

Erfahrungen im NRL für Lebensmittelkontaktmaterialien haben gezeigt, dass die Filtration mit 2 Glasfaserfiltern übereinander bessere Ergebnisse in Hinsicht auf die Retention von feinsten Partikeln zeigt.

Die Extrakte müssen vor der Aluminium-Messung zusätzlich mit einem Spritzenfilter filtriert werden (z. B. ein 0,45 µm Nylonspritzenfilter). Diese Feinfiltration muss durchgeführt werden, **bevor!** die Lösung zur Stabilisierung angesäuert wird. Die Feinfiltration der Probe sollte so schnell wie möglich nach der Extraktion durchgeführt werden, um eine weitere Extraktion von Aluminium aus verbliebenen Feststoffbestandteilen oder andere Wechselwirkungen zwischen Feststoffen und Wasser zu verhindern. Zur Stabilisierung wird nach Feinfiltration mit dem Spritzenfilter die Lösung mit Salpetersäure auf 1% v/v angesäuert (z. B. 150 µL Salpetersäure (70% m/m) auf 10 mL Lösung).

3.6.7 Literatur

DIN ISO 3696:1991-06: Wasser für analytische Zwecke; Anforderungen und Prüfungen.

ISO 3696:1991-06: Water for analytical laboratory use; specification and test methods; identical with ISO 3696:1987.

DIN EN 645:1994-01, Papier und Pappe vorgesehen für den Kontakt mit Lebensmitteln; Herstellung eines Kaltwasserextraktes.

EN 645:1993, Paper and board intended to come into contact with foodstuffs; preparation of a cold water extract.

DIN EN 647:1994-01, Papier und Pappe vorgesehen für den Kontakt mit Lebensmitteln; Herstellung eines Heißwasserextraktes.

EN 647:1993: Paper and board intended to come into contact with foodstuffs; preparation of a hot water extract.

1.2 Kaltwasserextrakt, Methodensammlung Papier, Karton und Pappe,
https://www.bfr.bund.de/cm/343/herstellung_eines_kaltwasserextraktes.pdf

1.3 Heißwasserextrakt, Methodensammlung Papier, Karton und Pappe,
https://www.bfr.bund.de/cm/343/herstellung_eines_heisswasserextraktes.pdf