

Bestimmung von flüchtigen Verbindungen in Bedarfsgegenständen aus Silikon

Stand: 03/2022

1. Zweck und Anwendungsbereich

Diese Methode beschreibt ein Verfahren zur Bestimmung der Freisetzung von flüchtigen Verbindungen in Bedarfsgegenständen aus Silikon.^{1,2}

WARNUNG – Die Anwendung dieses Verfahrens kann die Anwendung gefährlicher Substanzen, Arbeitsgänge und Geräte einschließen. Dieses Verfahren erhebt nicht den Anspruch, dass alle mit seiner Anwendung verbundenen Sicherheitsprobleme angesprochen werden. Es liegt in der Verantwortung des Anwenders dieses Verfahrens, geeignete Vorsichtsmaßnahmen für den Arbeits- und Gesundheitsschutz zu treffen und die Anwendbarkeit einschränkender Vorschriften vor der Anwendung zu bestimmen.

2. Prinzip

Silikonmaterialien, die dazu bestimmt sind, mit Lebensmitteln in Kontakt zu kommen und/oder dafür bestimmt sind, mit Schleimhäuten in Kontakt zu kommen, dürfen nicht mehr als 0,5 Gewichtsprozent [% (m/m)] flüchtige Verbindungen abgeben. Zunächst wird die geschnittene Probe zum Entfernen sorbierten Wassers für 1 Stunde bei 100 °C konditioniert und anschließend 4 Stunden bei 200 °C behandelt (Hochtemperaturbehandlung). Der Masseverlust während der Hochtemperaturbehandlung wird gravimetrisch bestimmt.

3. Geräte und Hilfsmittel

3.1. Waage

Präzisionswaage mit einer Genauigkeit von $\pm 0,1$ mg oder besser.

3.2. Trockenschrank

Wärmeschrank, geeignet für Temperaturen von 100 ± 5 °C und 200 ± 5 °C mit abschaltbarer Zwangsbelüftung (*forced convection*).

3.3. Exsikkator

Exsikkator mit geeignetem Trockenmittel (z. B. wasserfreies Calciumchlorid oder Kieselgel mit Feuchtigkeitsindikator).

3.4. Wägeschale

Wägeschalen aus elektrisch leitendem Material, z. B. Edelstahl, Platin, Aluminium.

ANMERKUNG – Elektrisch nicht oder schlecht leitende Materialien wie Labor- oder Quarzglas sind ausdrücklich nicht zu empfehlen, da sie auftretende statische Elektrizität nicht oder nur sehr langsam ableiten. Messfehler bei Verwendung dieser Materialien können bei 10 g Probenmaterial ± 50 mg oder mehr betragen.

3.5. Aluminiumfolie

Aluminiumfolie, mindestens 48 Stunden bei 380 °C ausgeheizt.

4. Durchführung

Die Versuche werden für jede Probe dreifach durchgeführt. Von jeder Probe werden daher mindestens 30 g Material benötigt.

Es ist jederzeit darauf zu achten, dass die Proben so kurz wie möglich der offenen Laborluft ausgesetzt werden, um eine Wasseraufnahme zu minimieren. Das gilt sowohl für die Wägung selbst als auch für den Transport der Proben vom Trockenschrank (3.2) zum Exsikkator (3.3) und vom Exsikkator (3.3) zur Waage (3.1). Die Zeit des Lagerns im geschlossenen Exsikkator zwischen Wägung nach der Konditionierung und vor der Hochtemperaturbehandlung ist unkritisch.

ANMERKUNG – Sowohl die konditionierten als auch die hochtemperaturbehandelten Proben können schnell Wasser aus der Luft aufnehmen. Eine Probe von 10 g kann in wenigen Minuten 10 mg oder mehr Wasser sorbieren. Das kann dazu führen, dass ein Ausschwingen der Waage nicht möglich ist und kein stabiler Messwert erreicht werden kann. Die Messzeit sollte 30 Sekunden daher nicht überschreiten. Hat sich der Messwert dann nicht stabilisiert, ist jeweils der Tiefstwert zu Beginn der Wägung abzulesen und nicht das vollständige Ausschwingen der Waage abzuwarten, um möglichst vergleichbare Messwerte zu erhalten. Die Zeit der Überführung vom Exsikkator auf die Waage ist so gering wie möglich zu halten.

Sofern der Trockenschrank (3.2) über eine Zwangsbelüftung und/oder sonstige Frischluftzufuhr verfügt, sind diese zur Konditionierung (4.2) und zur Hochtemperaturbehandlung (4.3) auszuschalten. Die Zwangsbelüftung darf nur, falls

erforderlich, während der Aufheizphasen zum schnelleren und gleichmäßigen Erreichen der jeweiligen Zieltemperatur im unbeladenen Ofen genutzt werden.

ANMERKUNG – Zwangsbelüftung und/oder Frischluftzufuhr während der Untersuchungen können zu höheren Masseverlusten mit höherer Standardabweichung und geringerer Reproduzierbarkeit führen.

4.1. Probenvorbereitung

Vor Versuchsbeginn werden die Wägeschalen (3.4) für 4 Stunden bei 200 °C im Trockenschrank (3.2) erhitzt, danach im Exsikkator (3.3) mindestens 60 Minuten abgekühlt und bis zum Beginn des Experiments darin gelagert.

Die Probe wird in Stücke zu ca. 1×2 cm geschnitten. Die leere Wägeschale (3.4) wird auf ±0,1 mg genau gewogen (M_{leer}) und etwa 10 g der Probe anschließend so auf der Wägeschale eingewogen, dass sich die einzelnen Stücke möglichst wenig überlappen.

ANMERKUNG – Sofern zur Organisation der Laborabläufe nötig, z. B. bei großer Probenanzahl, können die Proben alternativ vorher zu 10 g Portionen abgewogen, in Aluminiumfolie (3.5) gelagert und später bei der Einwaage der Wägeschalen (3.4) auf diese überführt werden.

4.2. Konditionierung der Probe

Wägeschale (3.4) und Probe werden für 60±5 Minuten bei 100±5 °C Ofentemperatur im Trockenschrank (3.2) ohne Zwangsbelüftung erhitzt um an den Probenstücken sorbiertes Wasser zu entfernen. Danach werden Wägeschale (3.4) und Probe im Exsikkator (3.3) für 30±5 Minuten abgekühlt und das Gesamtgewicht (M_{Kond}) von Wägeschale (3.4) und Probe auf ±0,1 mg genau bestimmt.

4.3. Hochtemperaturbehandlung der Probe

Die Probe wird auf der Wägeschale (3.4) für 4 Stunden ±5 Minuten bei 200±5 °C Ofentemperatur im Trockenschrank (3.2) ohne Zwangsbelüftung erhitzt, anschließend zügig in den Exsikkator (3.3) überführt und darin 60±5 Minuten abgekühlt. Daraufhin wird erneut das Gesamtgewicht (M_{HT}) von Wägeschale und Probe auf ±0,1 mg genau bestimmt.

5. Berechnung des Gehalts an flüchtigen Verbindungen

Der Gehalt an flüchtigen Verbindungen wird wie folgt berechnet:

$$\text{Flüchtige Verbindungen [\% (m/m)]} = ((M_{\text{Kond}} - M_{\text{HT}}) / (M_{\text{Kond}} - M_{\text{leer}})) * 100$$

Das Ergebnis ist als Mittelwert aus den drei Einzelbestimmungen anzugeben.

6. Angabe der Ergebnisse

Der Gehalt an flüchtigen Verbindungen sowie die entsprechenden Messunsicherheiten (inklusive Erweiterungsfaktor) werden in % (m/m) mit 3 signifikanten Stellen angegeben. Die erweiterte relative Messunsicherheit für eine Wahrscheinlichkeit von 95% ($k = 2$) wurde aus den Daten einer Methodenevaluierungsstudie² mit 25% bestimmt.

z. B. $0,375 \pm 0,094\%$ (m/m) ($k = 2$)

7. Literatur

1. Towards a better comparability during GMP assessment – Identifying the main parameters that influence the loss of volatile organic compounds from silicone elastomers. Krüger, O.; Ebner, I.; Kappenstein, O.; Roloff, A.; Luch, A.; Bruhn, T.; *Food Packaging and Shelf Life* **2021**, *30*, 100758. DOI 10.1016/j.fpsl.2021.100758.
2. Method evaluation study on the determination of volatile compounds in silicone materials; Krüger, O.; Ebner, I.; Roloff, A.; Kappenstein, O.; Bruhn, T.; *BfR-Wissenschaft* **2021**. DOI 10.17590/20210519-121342.