

## Prüfbericht, Teil 1

### Bestimmung der in Salzsäure löslichen Metalle aus einer Graphitfolie

Die Ergebnisse des vorliegenden Prüfberichtes sind Eigentum des Auftraggebers. Bei der auszugsweisen Vervielfältigung oder der Veröffentlichung der Ergebnisse ist die schriftliche Zustimmung des Fraunhofer-Instituts für Verfahrenstechnik und Verpackung einzuholen.

Auftraggeber: SGL Carbon GmbH  
86400 Meitingen

Auftragsnummer: PA/4148/17

Auftrag vom: 31.03.2017

Probeneingang: 31.03.2017

Prüfzeitraum: 04.04. – 13.04.2017

Datum des Berichts: 09.05.2017

Probenlagerung: Restliches Prüfmaterial wird für die Dauer von sechs Monaten im Institut aufbewahrt.

Anzahl der Seiten  
des Berichts: 6

Die Prüfergebnisse beziehen sich ausschließlich auf die untersuchten Prüfmuster.

## 1. Fragestellung

Das untersuchte Graphitmaterial wird als Dichtungsmaterialien in lebensmittelverarbeitenden Maschinen (wiederholter Kontakt, große Menge an Lebensmittel) verwendet. Eine Verwendung als Lebensmittelverpackung ist nicht vorgesehen.

In den USA existieren keine gesetzlich festgelegten Anforderungen an die Zusammensetzung bzw. Reinheit von Graphit. Gemäß 21 CFR 174.5 „General provisions applicable to indirect food additives“ haben jedoch Substanzen, welche in Lebensmittelkontaktmaterialien verwendet werden, eine geeignete Reinheit aufzuweisen.

Die Reinheit verschiedener Metalle/Elemente in der Graphitfolie wird gemäß den BfR Empfehlungen IX (Farbstoffe) und LII (Füllstoffe) bestimmt. Dazu werden die in 0,07 N Salzsäure löslichen Elemente gemäß DIN 53770 Teil 1 analysiert.

## 2. Probenmaterial

Der Auftraggeber stellte folgendes Probenmaterial zur Verfügung:

Muster: SIGRAFLEX® Graphitfolie F05010Z



Abbildung 1: Muster – SIGRAFLEX® Graphitfolie F05010Z

### 3. Prüfmethode

Bestimmung des in 0,07 N Salzsäure löslichen Metallgehalts

Die Extraktion und die Quantifizierung erfolgten in einem für diese Analysen akkreditierten Labor.

Die Extraktion mit 0.07 N Salzsäure erfolgte gemäß DIN 53770 Teil 1.

Die Elemente wurden quantitativ gemäß der DIN EN ISO 17294-2 „Wasserbeschaffenheit – Anwendung der induktiv gekoppelten Plasma-Massenspektrometrie (ICP-MS) Teil 2: Bestimmung von 62 Elementen“ bestimmt. Rhodium und Rhenium wurden als interne Standards verwendet. Die Kalibrierung erfolgte unter Verwendung eines Multielementstandards (simple linear).

### 4. Ergebnisse

Tabelle 1: Quantifizierung der in 0.07 N Salzsäure löslichen Elemente

Element	Symbol	löslicher Gehalt [mg/kg]	Bestimmungsgrenze [mg/kg]
Aluminium	Al	< 1	1
Arsen	As	< 0,1	0,1
Barium	Ba	< 0,5	0,5
Cadmium	Cd	< 0,1	0,1
Cer	Ce	< 0,1	0,1
Cobalt	Co	< 0,1	0,1
Chrom	Cr	< 0,5	0,5
Caesium	Cs	< 0,1	0,1
Kupfer	Cu	< 0,5	0,5
Eisen	Fe	1	1
Gallium	Ga	< 0,1	0,1
Hafnium	Hf	< 0,1	0,1
Quecksilber	Hg	< 0,02	0,02
Lanthan	La	< 0,1	0,1
Lithium	Li	< 0,1	0,1
Mangan	Mn	< 1	1
Molybdän	Mo	< 0,5	0,5

Nickel	Ni	< 0,5	0,5
Blei	Pb	<b>0,05</b>	0,05
Rubidium	Rb	< 0,1	0,1
Antimon	Sb	< 0,1	0,1
Selen	Se	< 0,5	0,5
Zinn	Sn	< 0,5	0,5
Strontium	Sr	< 1	1
Tantal	Ta	< 0,1	0,1
Tellur	Te	< 0,1	0,1
Thallium	Th	< 0,1	0,1
Titan	Ti	< 1	1
Uran	U	< 0,1	0,1
Vanadium	V	< 0,5	0,5
Wolfram	W	< 0,5	0,5
Yttrium	Y	< 0,1	0,1
Zink	Zn	< 1	1
Zirconium	Zr	< 1	1

## 5. Lebensmittelrechtliche Bewertung

In der 0.07 N Salzsäure-Extraktion des untersuchten Materials wurde Eisen (Fe) und Blei (Pb) bei den entsprechenden Bestimmungsgrenzen gefunden.

Elementares Eisen (CAS 7439-89-6) ist gemäß 21 CFR 184.1375 als 'generally recognized as safe' ('allgemein als sicher anerkannt') definiert und unterliegt damit keinen Grenzen bezüglich der Verwendung in Lebensmittelkontaktmaterialien.

Blei ist gemäß 21 'Code of Federal Regulation' (CFR) für den Gebrauch in Lebensmittelkontaktmaterialien nicht geregelt. Für die lebensmittelrechtliche Bewertung wird die BfR Empfehlung IX und LII herangezogen.

Gemäß der BfR Empfehlung IX über Farbstoffe und der BfR Empfehlung LII über Füllstoffe darf der in 0.07 N bzw. in 0.1 N Salzsäure lösliche Gehalt an Blei 0,01 % (100 mg/kg) nicht überschreiten.

Gemäß der BfR Empfehlung IX über Farbstoffe und der BfR Empfehlung LII über Füllstoffe sind die folgenden Reinheitsanforderungen der aufgeführten Elemente, welche in Salzsäure löslich sind, einzuhalten (siehe Tabelle 2 und Tabelle 3).

Tabelle 2: Reinheitsanforderungen der in 0.07 N Salzsäure löslichen Elemente gemäß der BfR Empfehlung IX.

Element	Symbol	Reinheit [%]	Reinheit [mg/kg]
Blei	Pb	0,01	100
Arsen	As	0,01	100
Quecksilber	Hg	0,005	50
Selen	Se	0,01	100
Barium	Ba	0,01	100
Chrom	Cr	0,1	1000
Cadmium	Cd	0,01	100
Antimon	Sb	0,05	500

Tabelle 3: Reinheitsanforderungen der in 0.1 N Salzsäure löslichen Elemente gemäß der BfR Empfehlung LII.

Element	Symbol	Reinheit [%]	Reinheit [mg/kg]
Blei	Pb	0,01	100
Arsen	As	0,01	100
Quecksilber	Hg	0,0005	5
Barium (aus Bariumsulfat)	Ba	0,01	100
Cadmium	Cd	0,01	100
Antimon	Sb	0,005	50

Die Bestimmungsgrenzen der verwendeten Analysenmethode liegen für alle Elemente unter den Reinheitsanforderungen der BfR Empfehlungen IX und LII.

Die untersuchte Graphitfolie entspricht daher den Reinheitsanforderungen der Metalle/Elemente gemäß den BfR Empfehlungen IX und LII.

## 6. Unterschriften

Fraunhofer-Institut  
Verfahrenstechnik  
und Verpackung



Dr. Diana Kemmer  
(stellv. Prüfleiterin Migration)

Freising, 09.05.2017



Maria Gierl  
(verantwortliche Wissenschaftlerin)

## Prüfbericht, Teil 2

### Bestimmung der polyzyklischen aromatischen Kohlenwasserstoffe (PAK) im Material

Die Ergebnisse des vorliegenden Prüfberichtes sind Eigentum des Auftraggebers. Bei der auszugsweisen Vervielfältigung oder der Veröffentlichung der Ergebnisse ist die schriftliche Zustimmung des Fraunhofer-Instituts für Verfahrenstechnik und Verpackung einzuholen.

Auftraggeber: SGL Carbon GmbH  
86400 Meitingen

Auftragsnummer: PA/4148/17

Auftrag vom: 31.03.2017

Probeneingang: 31.03.2017

Prüfzeitraum: 03.04. – 26.06.2017

Datum des Berichts: 18.07.2017

Probenlagerung: Restliches Prüfmaterial wird für die Dauer von sechs Monaten im Institut aufbewahrt.

Anzahl der Seiten  
des Berichts: 6

Die Prüfergebnisse beziehen sich ausschließlich auf die untersuchten Prüfmuster.

## 1 Fragestellung

Das untersuchte Graphitmaterial wird als Dichtungsmaterial in lebensmittelverarbeitenden Maschinen (wiederholter Kontakt, große Menge an Lebensmittel) verwendet. Eine Verwendung als Lebensmittelverpackung ist nicht vorgesehen.

In den USA existieren keine gesetzlich festgelegten Anforderungen an die Zusammensetzung bzw. Reinheit von Graphit. Gemäß 21 CFR 174.5 „General provisions applicable to indirect food additives“ haben jedoch Substanzen, welche in Lebensmittelkontaktmaterialien verwendet werden, eine geeignete Reinheit aufzuweisen.

Bei der synthetischen Herstellung von Graphit herrschen hohe Temperaturen vor. Dabei können sich verschiedene polyzyklische aromatische Kohlenwasserstoffe (PAK) bilden. Die amerikanische Umweltbehörde (EPA) hat aus über hundert Einzelverbindungen 16 PAK-Substanzen in einer Liste zusammengefasst, die die am häufigsten in Umweltproben nachgewiesenen PAK enthält („EPA-PAK“).

Auf diese 16 EPA-PAK wird die zu untersuchende Graphitfolie analysiert.

## 2 Probenmaterial

Der Auftraggeber stellte folgendes Probenmaterial zur Verfügung:

Muster: SIGRAFLEX® Graphitfolie F05010Z

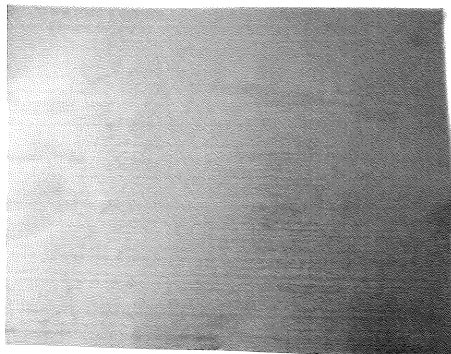


Abbildung 1: Muster – SIGRAFLEX® Graphitfolie F05010Z



### 3 Prüfmethoden

Bestimmung von 16 polyzyklischen Kohlenwasserstoffen (PAK) im Material

Akkreditierte Fraunhofer IVV Methode PA 1.601

#### a) *Extraktion*

Das Muster wurde mit einer Zentrifugalmühle (Retsch ZM-200) auf eine Partikelgröße von  $\leq 250 \mu\text{m}$  vermahlen. Ca. 0,5 g des vermahlenden und homogenisierten Musters wurden nach Zugabe eines isopenmarkierten PAK-Standard-Mix (interner Standard) unter den folgenden Extraktionsbedingungen extrahiert:

Druck: 100 bar, Temperatur: 120 °C, Zyklen: 3 Zyklen á 15 min (statisch)

Die erhaltenen Extrakte wurden unter Stickstoffstrom eingengt und mittels GC-MS gemessen.

Die Bestimmung erfolgte als Dreifachansatz.

#### b) *Quantifizierung von 16 EPA – PAKs*

Der Gehalt an polyzyklischen aromatischen Kohlenwasserstoffen (PAK) in den Extraktionslösungen wurde durch Messung mit einem niederauflösenden Massenspektrometer (Shimadzu QP 2010 Plus) im *Single Ion Monitoring* (SIM)-Modus bestimmt.

Die Quantifizierung erfolgte über die deuterierten Standardsubstanzen als interne Standards gegen eine externe Kalibrierung. Die Angabe der Werte erfolgte nach Blindwertabzug.

## 4 Ergebnisse

### Polyzyklische Kohlenwasserstoffe (PAK) im Material

Analyt	Gehalt im Material [µg/kg]	Flächenbezogene Migration [µg/dm <sup>2</sup> ] <sup>1</sup>
Naphthalin	<b>105</b> (NWG: 10)	<b>0,5</b> (NWG: 0,05)
Acenaphthylen	< NWG (NWG: 10)	< NWG (NWG: 0,05)
Acenaphthen	< NWG (NWG: 20)	< NWG (NWG: 0,1)
Floren	< NWG (NWG: 50)	< NWG (NWG: 0,3)
Phenanthren	<b>39</b> (NWG: 20)	<b>0,2</b> (NWG: 0,1)
Anthracen	< NWG (NWG: 25)	< NWG (NWG: 0,1)
Fluoranthen	<b>34</b> (NWG: 10)	<b>0,2</b> (NWG: 0,05)
Pyren	< NWG (NWG: 600) <sup>2</sup>	< NWG (NWG: 2,9)
Benzo(a)anthracen	< NWG (NWG: 10)	< NWG (NWG: 0,05)
Chrysen	<b>220</b> (NWG: 10)	<b>1,1</b> (NWG: 0,1)
Benzo(b)fluoranthen	< NWG (NWG: 10)	< NWG (NWG: 0,05)
Benzo(k)fluoranthen	< NWG (NWG: 10)	< NWG (NWG: 0,05)
Benzo(a)pyren	< NWG (NWG: 5)	< NWG (NWG: 0,03)
Indeno(1,2,3-cd)pyren	< NWG (NWG: 10)	< NWG (NWG: 0,05)
Dibenz(a,h)anthracen	< NWG (NWG: 20)	< NWG (NWG: 0,1)
Benzo(g,h,i)perylene	< NWG (NWG: 20)	< NWG (NWG: 0,1)

NWG: Nachweisgrenze

<sup>1</sup> berechnet mit einem Flächengewicht von ca. 4,9 g/dm<sup>2</sup>

<sup>2</sup> aufgrund von Matrixeinflüssen beträgt die Nachweisgrenze von Pyren 600 µg/kg Material

## 5 Lebensmittelrechtliche Bewertung

Die amerikanische Umweltbehörde (EPA) hat aus über hundert Einzelverbindungen 16 Substanzen in einer Liste zusammengefasst, die die am häufigsten in Umweltproben nachgewiesenen PAK enthält („EPA-PAK“).

In dem untersuchten Dichtungsmaterial SIGRAFLEX® wurde Naphthalin, Phenanthren, Fluoranthren und Chrysen bei der Nachweisgrenze von 10 bzw. 20 µg/kg Material detektiert. Für Pyren ergab sich aufgrund starker Matrixeinflüsse eine Nachweisgrenze von 600 µg/kg Material.

Naphthalin wurde mit 105 µg/kg im Material quantifiziert. Für Naphthalin ist eine orale Referenzdosis in Trinkwasser von 20 µg/kg Körpergewicht / Tag durch die EPA festgelegt<sup>1</sup>. Für einen Menschen mit einem Körpergewicht von 60 kg entspricht dies einer Referenzdosis von 1200 µg Naphthalin (1200 µg/kg Lebensmittel unter der Annahme, dass 1 kg Lebensmittel pro Tag verzehrt wird). Mit einem Gehalt im Material von 105 µg/kg und einem Flächengewicht von ca. 4,9 g/dm<sup>2</sup> ergibt sich ein flächenbezogenes Migrationspotenzial für Naphthalin von 0,5 µg/dm<sup>2</sup> (unter Annahme eines Totalübergangs – worst case Betrachtung). Damit liegt die maximal mögliche Migration von Naphthalin aus der untersuchten Graphitfolie unter der oben genannten Referenzdosis für alle praktikablen Oberflächen-Füllgut-Verhältnisse in der realen Anwendung als Dichtungsmaterial in der lebensmittelverarbeitenden Industrie.

Fluoranthren wurde mit 34 µg/kg im Material quantifiziert. Die orale Referenzdosis für Fluoranthren beträgt 40 µg/kg Körpergewicht / Tag gemäß der EPA<sup>2</sup>. Für einen Menschen mit einem Körpergewicht von 60 kg entspricht dies einer Referenzdosis von 2400 µg Fluoranthren (2400 µg/kg Lebensmittel unter der Annahme, dass 1 kg Lebensmittel pro Tag verzehrt wird). Mit einem Gehalt im Material von 34 µg/kg und einem Flächengewicht von ca. 4,9 g/dm<sup>2</sup> ergibt sich ein flächenbezogenes Migrationspotenzial für Naphthalin von 0,2 µg/dm<sup>2</sup> (unter Annahme eines Totalübergangs – worst case Betrachtung). Damit liegt die maximal mögliche Migration von Naphthalin aus der untersuchten Graphitfolie unter der oben genannten Referenzdosis für alle praktikablen Oberflächen-Füllgut-Verhältnisse in der realen Anwendung als Dichtungsmaterial in der lebensmittelverarbeitenden Industrie.

Chrysen wird als mögliches Humankarzinogen eingestuft<sup>1,3</sup>. Eine orale Referenzdosis für Trinkwasser wurde durch die EPA bisher noch nicht festgesetzt. Eine Einstufung von Phenanthren als Humankarzinogen ist bislang nicht erfolgt („Classification – D, not classifiable as to human carcinogenicity“)<sup>1,4</sup>.

---

<sup>1</sup> 2012 Edition of the Drinking Water Standards and Health Advisories, EPA 822-S-12-001, Office of Water U.S. Environmental Protection Agency Washington, DC, Date of update: April, 2012

<sup>2</sup> Integrated Risk Information System (IRIS) U.S. Environmental Protection Agency Chemical Assessment Summary, STATUS OF DATA for Fluoranthren

<sup>3</sup> Integrated Risk Information System (IRIS) U.S. Environmental Protection Agency Chemical Assessment Summary, STATUS OF DATA for Chrysen

<sup>4</sup> Integrated Risk Information System (IRIS) U.S. Environmental Protection Agency Chemical Assessment Summary, STATUS OF DATA for Phenanthrene

Zahlreiche polyzyklische Kohlenwasserstoffe (PAKs) werden als krebserzeugend eingestuft. Dabei wird Benzo[a]pyren als Leitsubstanz für die PAKs verwendet, da es neben einer kanzerogenen Eigenschaft auch mit einer großen Wahrscheinlichkeit erbgutverändernd wirkt und die Fortpflanzung beeinträchtigen kann<sup>5</sup>. Gemäß der EPA darf im Trinkwasser ein maximaler Gehalt an Benzo[a]pyren von 0,0002 mg/Liter (0,2 µg/Liter) enthalten sein. Für die Bewertung von Phenanthren und Chrysen wird der beschriebene Grenzwert von Benz[a]pyren verwendet. Phenanthren wurde mit einem Gehalt von 39 µg/kg in der Graphitfolie quantifiziert. Mit einem Flächengewicht von ca. 4,9 g/dm<sup>2</sup> ergibt sich ein flächenbezogenes Migrationspotenzial für Phenanthren von 0,2 µg/dm<sup>2</sup> (unter Annahme eines Totalübergangs – worst case Betrachtung). Bis zu einem Oberflächen-Volumen-Verhältnis von maximal 1 dm<sup>2</sup>/kg Lebensmittel liegt die maximal mögliche Migration von Phenanthren aus der untersuchten Graphitfolie unter dem oben genannten Grenzwert. Chrysen wurde mit einem Gehalt von 220 µg/kg in der Graphitfolie quantifiziert. Mit einem Flächengewicht von ca. 4,9 g/dm<sup>2</sup> ergibt sich ein flächenbezogenes Migrationspotenzial für Chrysen von 1,1 µg/dm<sup>2</sup> (unter Annahme eines Totalübergangs – worst case Betrachtung). Bis zu einem Oberflächen-Volumen-Verhältnis von maximal 0,18 dm<sup>2</sup>/kg Lebensmittel liegt die maximal mögliche Migration von Chrysen aus der untersuchten Graphitfolie unter dem oben genannten Grenzwert.

Für Pyren ergibt ein Flächengewicht von 4,9 g/dm<sup>2</sup> ein flächenbezogenes Migrationspotential von 2,9 µg/dm<sup>2</sup>. Für Pyren ist eine orale Referenzdosis der EPA für Trinkwasser (2012 Edition of the Drinking Water Standards and Health Advisories<sup>6</sup>) von 30 µg/kg Körpergewicht festgelegt. Für einen Menschen mit einem Körpergewicht von 60 kg entspricht dies einer Referenzdosis von 1800 µg Pyren (1800 µg/kg Lebensmittel unter der Annahme, dass 1 kg Lebensmittel pro Tag verzehrt wird). Somit wird die beschriebene Referenzdosis von der untersuchten Graphitfolie für alle praktikablen Oberflächen-Füllgut-Verhältnisse in der realen Anwendung als Dichtungsmaterial in der lebensmittelverarbeitenden Industrie eingehalten.

## 6 Unterschriften

Fraunhofer-Institut  
Verfahrenstechnik  
und Verpackung



Maria Gierl  
(verantwortliche Wissenschaftlerin)

Freising, 18.07.2017



Gerd Wolz  
(stellv. Prüflleitung Störstoffanalytik)

<sup>5</sup> Bundesinstitut für Risikobewertung (BfR), Polyzyklische aromatische Kohlenwasserstoffe (PAK) in Spielzeug, 2009

<sup>6</sup> 2012 Edition of the Drinking Water Standards and Health Advisories, EPA 822-S-12-001, Office of Water U.S. Environmental Protection Agency Washington, DC, Date of update: April, 2012

## Prüfbericht, Teil 3

### Screeninganalyse einer Graphitfolie

Die Ergebnisse des vorliegenden Prüfberichtes sind Eigentum des Auftraggebers. Bei der auszugsweisen Vervielfältigung oder der Veröffentlichung der Ergebnisse ist die schriftliche Zustimmung des Fraunhofer Instituts für Verfahrenstechnik und Verpackung einzuholen.

Auftraggeber: SGL Carbon GmbH  
86400 Meitingen

Auftragsnummer: PA/4148/17

Auftrag vom: 31.03.2017

Probeneingang: 31.03.2017

Prüfzeitraum: 04.04. – 26.04.2017

Datum des Berichts: 27.07.2017

Probenlagerung: Restliches Prüfmaterial wird für die Dauer von sechs Monaten im Institut aufbewahrt.

Anzahl der Seiten  
des Berichts: 6

Die Prüfergebnisse beziehen sich ausschließlich auf die untersuchten Prüfmuster.

## 1 Fragestellung

Das untersuchte Graphitmaterial wird als Dichtungsmaterial in lebensmittelverarbeitenden Maschinen (wiederholter Kontakt, große Menge an Lebensmittel) verwendet. Eine Verwendung als Lebensmittelverpackung ist nicht vorgesehen.

In den USA existieren keine gesetzlich festgelegten Anforderungen an die Zusammensetzung bzw. Reinheit von Graphit. Gemäß 21 CFR 174.5 „General provisions applicable to indirect food additives“ haben jedoch Substanzen, welche in Lebensmittelkontaktmaterialien verwendet werden, eine geeignete Reinheit aufzuweisen.

Mittels einer Screeninganalyse wird die Graphitfolie auf mögliche extrahierbare organische Verunreinigungen untersucht.

## 2 Probenmaterial

Der Auftraggeber stellte folgendes Probenmaterial zur Verfügung:

Muster: SIGRAFLEX® Graphitfolie F05010Z

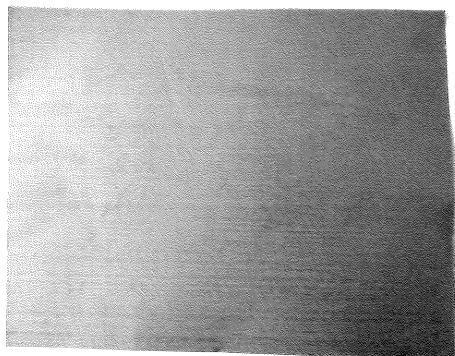


Abbildung 1: Muster – SIGRAFLEX® Graphitfolie F05010Z

## 3 Methode

Screening migrierfähiger Komponenten in Extraktionslösungen

Akkreditierte Fraunhofer IVV Methode PA 1.337

0,5 dm<sup>2</sup> der Folie (entsprechen 2,5 g Folie) wurde kleingeschnitten und im Tauchverfahren mit 10 ml Dichlormethan (DCM) für 3 d bei 40 °C bzw. mit 10 ml 95 % Ethanol für 3 d bei 60 °C extrahiert (Doppelansatz). Ein Aliquot der Extrakte wurde mit den internen Standards tert-Butyl-hydroxyanisol (BHA) und Tinuvin 234 versetzt und mittels GC-FID Screening auf extrahierte Komponenten untersucht. Zur Verbesserung der Nachweisempfindlichkeit wurde die

Standardlösung auch zum Rest der Extrakte gegeben und vor der Analyse durch Abblasen mit Stickstoff auf ca. 1 ml eingengt.

Die gaschromatographische Trennung der Extrakte erfolgte auf einer DB-1-Kapillartrennsäule (Länge 30 m, Innendurchmesser 0,25 mm, Filmdicke 0,25 µm) und dem folgenden Temperaturprogramm: 50 °C (2 min isotherm) bis 340 °C mit einer Heizrate von 10 °C/min, danach 10 min isotherm bei 340 °C.

Mit dieser Methode werden organische Komponenten im Molekulargewichtsbereich von ca. 150 bis ca. 700 Dalton erfasst.

Zur Identifizierung der Hauptkomponenten wurden die Extrakte mittels Kopplung Gaschromatographie und Massenspektrometrie untersucht. Verwendetes GC/MS-System: ThermoFinnigan SSQ, Säule: DB-1-MS - 30 m - 0.25 mm i.D. - 0.25 µm Filmdicke, Temperaturprogramm: 50 °C (2 min), Heizrate 10 °C min<sup>-1</sup>, 340 °C (30 min), Elektrische Ionisierung, Full scan, Massenbereich m/z 40-800. Die Identifizierung der erhaltenen Spektren wurde durch Vergleich mit der NIST-Spektrenbibliothek durchgeführt. Die Identifizierungsvorschläge wurden nicht durch Vermessen von Reinsubstanzen verifiziert.

## 4 Ergebnisse

Die Gaschromatogramme der Extrakte sind in Abbildung 2 bis Abbildung 5 dargestellt. Charakteristische Peaks in den Extrakten wurden als Fingerprintkomponenten definiert und über den internen Standard BHA semiquantifiziert. Die Ergebnisse sind in Tabelle 1 dargestellt.

Die detektierten Peaks waren zu klein für eine Identifizierung mittels GC-MS-Analyse.

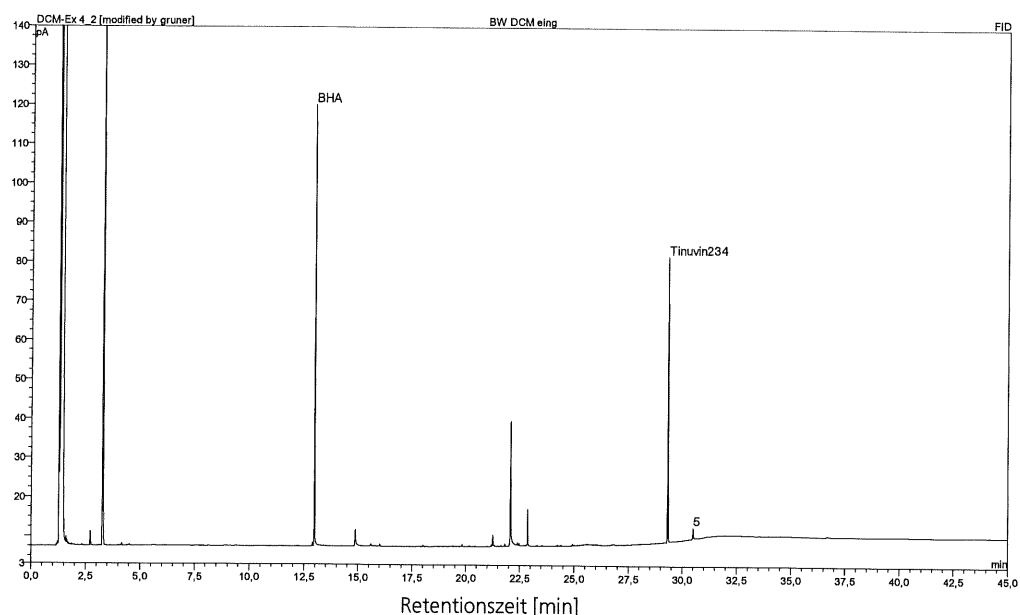


Abbildung 2: Gaschromatogramm des DCM Blindwerts

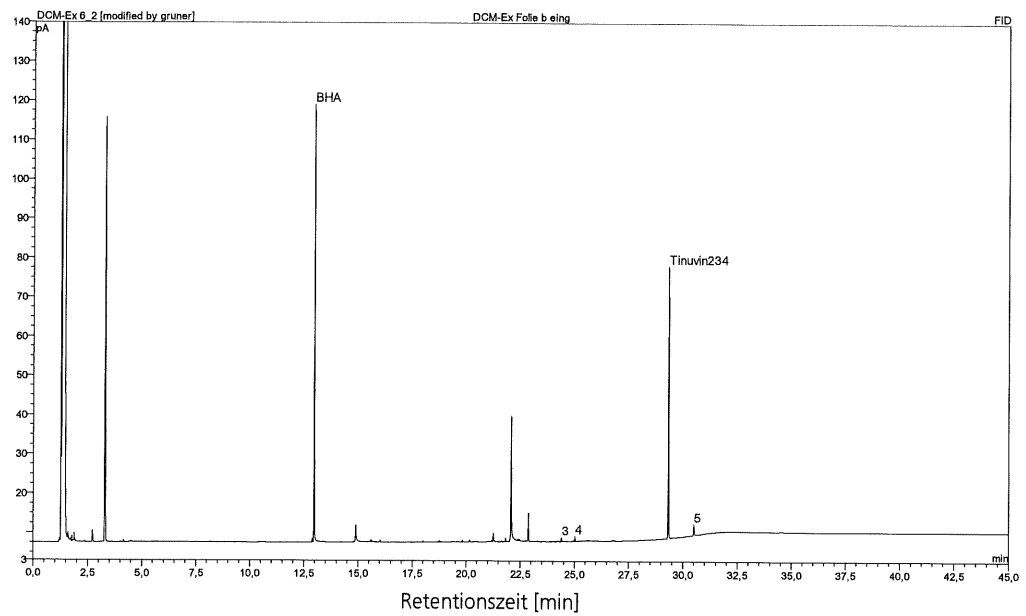


Abbildung 3: Gaschromatogramm des DCM-Extrakts der Probe

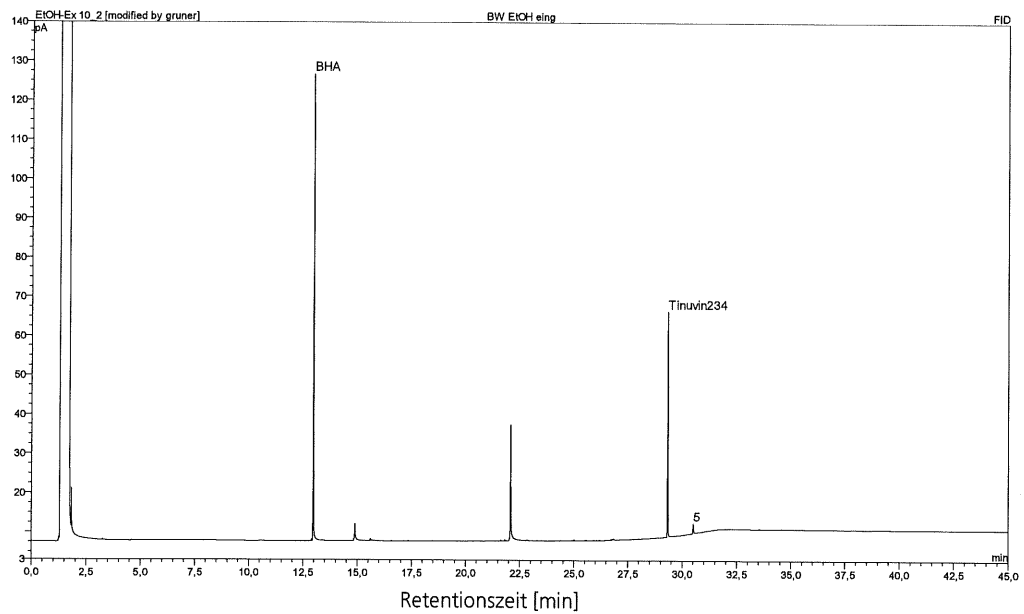


Abbildung 4: Gaschromatogramm des 95 % Ethanol Blindwerts



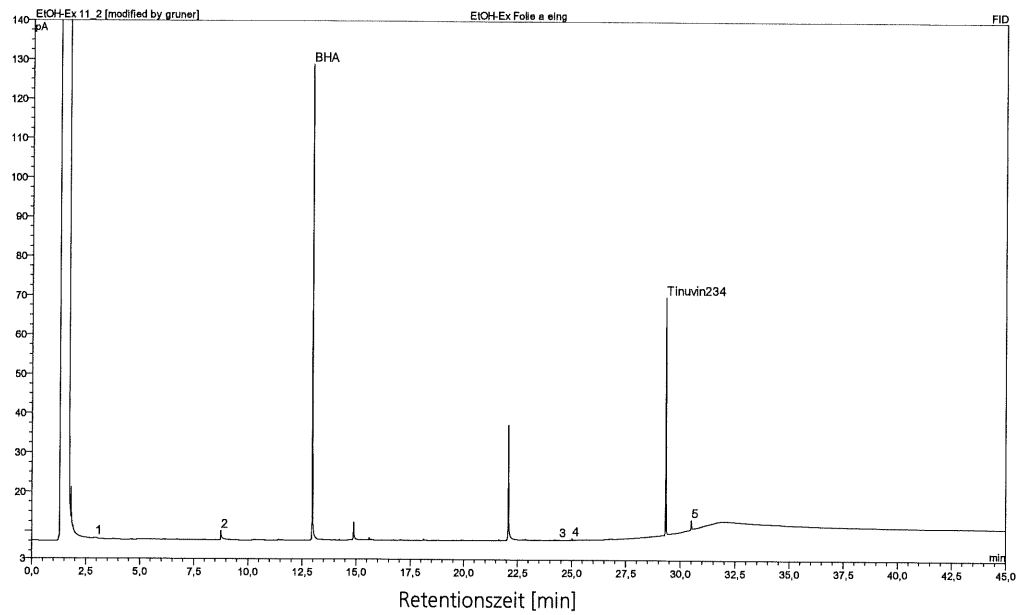


Abbildung 5: Gaschromatogramm des 95 % Ethanol-Extrakts der Probe

Tabelle 1 Semiquantifizierung der Fingerprintkomponenten in den Extraktionslösungen, Angabe in  $\mu\text{g}/\text{dm}^2$

Peak	DCM Extrakt [ $\mu\text{g}/\text{dm}^2$ ]		95% Ethanol Extrakt [ $\mu\text{g}/\text{dm}^2$ ]	
	Blindwert	Folie	Blindwert	Folie
1	< NWG	< NWG	< NWG	< NWG
2	< NWG	< NWG	< NWG	5,4
3	< NWG	< NWG	< NWG	< NWG
4	< NWG	< NWG	0,4	0,3
5	3,8	4,1	3,8	3,1

Nachweisgrenze (NWG):  $0,2 \mu\text{g}/\text{dm}^2$

## 5 Lebensmittelrechtliche Bewertung

Die Bewertung der Einsetzbarkeit für lebensmittelverarbeitende Maschinen und Geräte erfolgt über die mögliche Migration von Komponenten aus der Graphitfolie ins Lebensmittel und die dort maximal auftretende Konzentrationen.

Um mögliche organische Verunreinigungen in der Graphitfolie zu bestimmen, wurde eine Screeninganalyse von Dichlormethan- und 95 % Ethanol – Extrakten durchgeführt.

Bei einer Nachweisgrenze von  $0,2 \mu\text{g}/\text{dm}^2$  konnte im 95 % Ethanol – Extrakt im Vergleich zum Extraktionsmittelblindwert ein nicht identifizierter Peak (Peak 2) detektiert werden. Die Semiquantifizierung ergab einen flächenbezogenen Extraktionswert von  $5,4 \mu\text{g}/\text{dm}^2$ .

Die Bewertung des möglichen Stoffübergangs erfolgt nach dem Threshold of Regulation-Konzept (TOR) der US-FDA. Auf der Basis einer statistischen Auswertung der toxikologischen No-effect-level bzw. der tolerierbaren Aufnahmemenge bewerteter Substanzen wurde von der FDA eine tägliche Aufnahme von  $1,5 \mu\text{g}$  einer Substanz aus Lebensmittelkontaktmaterialien als vernachlässigbar gering bewertet, so dass keine behördliche Regelung der Substanz notwendig erscheint (21 CFR 170.39). Die daraus abgeleitete Exposition ergibt sich nach FDA aus einer täglichen Nahrungsaufnahme von 3 kg (einschließlich Getränken) und dem statistischen Anteil des zu bewertenden Materials im Lebensmittelkontakt im Bezug auf alle Materialien im Lebensmittelkontakt (consumption factor CF).

Statistische Daten zum Einsatz der Graphitfolie in Lebensmitteldirektkontakt liegen uns nicht vor. Bei geringem Anteil und fehlender Datenlage wird mit einem Consumption Factor von 0,05 gerechnet. Dies würde einer maximalen Migration von  $10 \mu\text{g}/\text{kg}$  ( $10 \text{ ppb}$ ) entsprechen.

Gemäß Kundenangaben kommt die Graphitfolie als Dichtungsmaterial in den verschiedensten Größen in Kontakt mit Lebensmitteln. Um den oben genannten Grenzwert von  $10 \mu\text{g}/\text{kg}$  einhalten zu können, müssen bei einer Kontaktfläche von  $1 \text{ dm}^2$  mindestens 540 g Lebensmittel mit der Graphitfolie in Kontakt gebracht werden.

## 6 Unterschriften

Fraunhofer Institut  
Verfahrenstechnik  
und Verpackung



Maria Gierl  
(verantwortliche Wissenschaftlerin)

Freising, 27.07.2017



Anita Gruner  
(Analytikerin)