

DIN EN 12868:2017-04 (D)

Artikel für Säuglinge und Kleinkinder - Verfahren zur Bestimmung der Abgabe von N-Nitrosaminen und N-nitrosierbaren Stoffen aus Flaschen- und Beruhigungssaugern aus Elastomeren oder Gummi; Deutsche Fassung EN 12868:2017

Inhalt	Seite
Europäisches Vorwort.....	5
Einleitung	6
1 Anwendungsbereich.....	7
2 Normative Verweisungen	7
3 Begriffe	7
4 Kurzbeschreibung.....	8
5 Reagenzien	8
6 Geräte.....	9
7 Standardlösungen der N-Nitrosamine.....	11
7.1 Allgemeines.....	11
7.2 In Saugteilen identifizierte N-Nitrosamine.....	11
7.3 Kalibrierlösungen (für das Ansprechverhalten des Detektors)	12
7.4 N-Nitrosamine als interner Standard	12
8 Durchführung	12
8.1 Allgemeines.....	12
8.2 Probenentnahme.....	13
8.3 Probe A (zur Bestimmung von N-nitrosierbaren Stoffen)	14
8.3.1 Probenvorbereitung und Auskochen.....	14
8.3.2 Herstellung von Migrationslösung A (zur Bestimmung von N-nitrosierbaren Stoffen) siehe A.2	14
8.3.3 Nitrosierung von Migrationslösung A (siehe A.3) und Herstellung von Lösung A.....	15
8.4 Probe B (zur Bestimmung von N-Nitrosaminen)	15
8.4.1 Probenvorbereitung und Auskochen.....	15
8.4.2 Herstellung der Migrationslösung B (zur Bestimmung von N-Nitrosaminen)	15
8.4.3 Herstellung von Lösung B.....	15
8.5 Herstellung von Extraktionssäulen für die Lösungen A und B.....	16
8.6 Extraktion der N-Nitrosamine.....	16
8.6.1 Aus Lösung A.....	16
8.6.2 Aus Lösung B.....	16
8.7 Aufkonzentrieren der N-Nitrosamine.....	17
8.7.1 In Extrakt A.....	17
8.7.2 In Extrakt B.....	17
8.8 Blindwertprobe.....	17
8.9 Untersuchung	17
8.9.1 Kalibrierfunktion	17
8.9.2 Bestimmung von Probenkonzentrationen.....	18
9 Berechnung der Ergebnisse	19
9.1 Allgemeines.....	19
9.2 Variabilität der Ergebnisse und Berechnung von Mittelwerten	19
9.2.1 Anforderungen an Variabilität.....	19
9.2.2 Variabilitätstest	19

9.2.3	Berechnung des Mittelwerts.....	20
9.3	Gesamtmenge an N-nitrosierbaren Stoffen, die aus Probe A migrieren und als N-Nitrosamine aus dem Konzentrat A analysiert und angegeben werden.....	20
9.4	Gesamtmenge an N-Nitrosaminen, die aus Probe B migrieren und als N-Nitrosamine aus dem Konzentrat B analysiert und angegeben werden.....	20
10	Bestätigung von N-Nitrosaminen	21
11	Analysetoleranzen	21
11.1	Allgemeines.....	21
11.2	Analysetoleranzen (siehe Anhang F)	21
12	Einhaltung der Richtlinie.....	22
13	Prüfbericht	22
Anhang A (informativ) Begründungen		23
A.1	Allgemeines.....	23
A.2	Migrationsbedingungen (siehe 8.3.2).....	23
A.3	Nitrosierungsbedingungen (siehe 8.3.3).....	23
A.4	Masse der genutzten Probe (siehe 8.3.1).....	24
A.5	Getrennte Migrationsvorgänge (siehe 8.3.2 und 8.3.3)	24
A.6	Doppelprüfungen (siehe 8.1)	25
A.7	TEA und alternative Detektoren	25
A.8	Abweichungen (siehe 9.2, 9.3 und 11)	25
A.9	Wesentliche Unterschiede zwischen dieser Norm und EN 71-12 [3]	25
Anhang B (informativ) Geeignetes gaschromatographisches Verfahren		27
Anhang C (normativ) Beispiel einer Ergebnisberechnung und Prüfbericht		29
C.1	Allgemeines.....	29
C.2	Beispiel für die Variabilitätsprüfung und Mittelwertberechnung für Analyseergebnisse	29
C.3	Ergebnisberechnungen und Ergebnistabelle für den Prüfbericht.....	31
C.4	Sonstige Informationen für den Prüfbericht.....	32
Anhang D (informativ) Alternative Verfahren		33
D.1	Allgemeines.....	33
D.2	Flüssigchromatographie (LC).....	33
D.3	MS/MS-Bedingungen.....	34
D.4	Bestätigung und quantitative Bestimmung der nachgewiesenen N-Nitrosamine	35
Anhang E (informativ) Begründung einer N-Nitrosamin-spezifischen Anpassung für NDiNA		36
Anhang F (informativ) Zusammenfassung des Validierungsversuchs von 2015.....		38
F.1	Übersicht.....	38
F.2	Statistische Anfangsanalyse – N-nitrosierbare Stoffe.....	38
F.3	Vergleichsgrenze für N-nitrosierbare Stoffe	39
F.4	Berücksichtigung der NDiNA-Vergleichsgrenze.....	40
F.5	Statistische Ausgangsanalyse – N-Nitrosamine	41
F.6	Variabilität zwischen den Bestimmungen	41
F.7	Zusammenfassung der Schlussfolgerungen und Auswirkungen für EN 12868	43
Literaturhinweise		44

Tabellen

Tabelle 1	— Salze und ihre Einwaagen für 1 Liter künstliche Speichelprüflösung.....	9
Tabelle 2	— Namen, Abkürzungen und CAS-Nummern der für diese Norm relevanten N-Nitrosamine und die erforderlichen Bestimmungsgrenzen	11
Tabelle 3	— Ablaufdiagramm der Prüfverfahren	13

Tabelle C.1 — Beispiel für die Variabilitätsprüfung und Mittelwertberechnung für Probe A.....	30
Tabelle C.2 — Beispiel für die Variabilitätsprüfung und Mittelwertberechnung für Probe B.....	30
Tabelle C.3 — Beispiel endgültiger Ergebnisse und deren Darstellung.....	32
Tabelle D.1 — Gradientenprofil bei den gegebenen HPLC-Bedingungen.....	34
Tabelle D.2 — Geeignete MRM-Übergänge bei den angegebenen MS/MS-Bedingungen.....	34
Tabelle D.3 — Maximal zulässige Toleranzen für relative Ionenintensitäten	35
Tabelle F.1 — Probenbeschreibungen für einen Validierungsversuch.....	38
Tabelle F.2 — Mittelwerte und Berechnungen für die gesamten N-nitrosierbaren Stoffe	39
Tabelle F.3 — Mittelwerte für die gesamten N-nitrosierbaren Stoffe nach Verfahren	39
Tabelle F.4 — Vergleichsgrenzen für die gesamten N-nitrosierbaren Stoffe nach Verfahren	40
Tabelle F.5 — Vergleichsgrenzen (mg/kg) für einzelne N-nitrosierbare Stoffe.....	40
Tabelle F.6 — Mittelwerte und Berechnungen des Mittelwerts für die gesamten N-Nitrosamine.....	41
Tabelle F.7 — Zusammenfassung von durchschnittlichen Wiederholgrenzen für die Doppelbestimmungen von N-nitrosierbaren Stoffe und N-Nitrosamine	42
Tabelle F.8 — Verfahren, die von Laboratorien angewendet werden (nach Entfernung de Ausreißer)	43