

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 |