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 Vergleichgrenze für N-nitrosierbare Stoffe 39
F.4 Berücksichtigung der NDiNA-Vergleichgrenze 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