

# 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
<b>Anhang A (informativ) Begründungen .....</b>		<b>23</b>
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
<b>Anhang B (informativ) Geeignetes gaschromatographisches Verfahren .....</b>		<b>27</b>
<b>Anhang C (normativ) Beispiel einer Ergebnisberechnung und Prüfbericht .....</b>		<b>29</b>
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
<b>Anhang D (informativ) Alternative Verfahren .....</b>		<b>33</b>
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
<b>Anhang E (informativ) Begründung einer N-Nitrosamin-spezifischen Anpassung für NDiNA .....</b>		<b>36</b>
<b>Anhang F (informativ) Zusammenfassung des Validierungsversuchs von 2015.....</b>		<b>38</b>
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
<b>Literaturhinweise .....</b>		<b>44</b>

## 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

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