

DIN EN 14350-2



ICS 97.190

**Artikel für Säuglinge und Kleinkinder –
Artikel für flüssige Kindernahrung –
Teil 2: Chemische Anforderungen und Prüfungen;
Deutsche Fassung EN 14350-2:2004**

Child use and care articles –
Drinking equipment –
Part 2: Chemical requirements and tests;
German version EN 14350-2:2004

Articles de puériculture –
Articles pour l'alimentation liquide –
Partie 2: Exigences chimiques et essais;
Version allemande EN 14350-2:2004

Gesamtumfang 23 Seiten

Nationales Vorwort

Diese Europäische Norm gibt Grenzwerte für die Migration bestimmter chemischer Stoffe aus Materialien an, wie sie in Ernährungssaugern, Trinkhilfen, Ernährungsfläschchen und Trinkbechern sowohl für den wiederholten Gebrauch als auch für die einmalige Anwendung verwendet werden.

Die vorliegende Norm wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 252 „Artikel für Säuglinge und Kleinkinder“ in der Arbeitsgruppe WG 5 erarbeitet. Das zuständige deutsche Spiegelgremium ist der Arbeitsausschuss AA 2.2-A „Artikel für Säuglinge und Kleinkinder — Essen, Trinken, Saugen u. a. Funktionen“ des Normenausschusses Gebrauchstauglichkeit und Dienstleistungen (NAGD) im DIN Deutsches Institut für Normung e. V.

ICS 97.190

Deutsche Fassung

**Artikel für Säuglinge und Kleinkinder
Artikel für flüssige Kindernahrung
Teil 2: Chemische Anforderungen und Prüfungen**

Child use and care articles —
Drinking equipment —
Part 2: Chemical requirements and tests

Articles de puériculture —
Articles pour l'alimentation liquide —
Partie 2: Exigences chimiques et essais

Diese Europäische Norm wurde vom CEN am 30. April 2004 angenommen.

Die CEN-Mitglieder sind gehalten, die CEN/CENELEC-Geschäftsordnung zu erfüllen, in der die Bedingungen festgelegt sind, unter denen dieser Europäischen Norm ohne jede Änderung der Status einer nationalen Norm zu geben ist. Auf dem letzten Stand befindliche Listen dieser nationalen Normen mit ihren bibliographischen Angaben sind beim Management-Zentrum oder bei jedem CEN-Mitglied auf Anfrage erhältlich.

Diese Europäische Norm besteht in drei offiziellen Fassungen (Deutsch, Englisch, Französisch). Eine Fassung in einer anderen Sprache, die von einem CEN-Mitglied in eigener Verantwortung durch Übersetzung in seine Landessprache gemacht und dem Management-Zentrum mitgeteilt worden ist, hat den gleichen Status wie die offiziellen Fassungen.

CEN-Mitglieder sind die nationalen Normungsinstitute von Belgien, Dänemark, Deutschland, Estland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Lettland, Litauen, Luxemburg, Malta, den Niederlanden, Norwegen, Österreich, Polen, Portugal, Schweden, der Schweiz, der Slowakei, Slowenien, Spanien, der Tschechischen Republik, Ungarn, dem Vereinigten Königreich und Zypern.



EUROPÄISCHES KOMITEE FÜR NORMUNG
EUROPEAN COMMITTEE FOR STANDARDIZATION
COMITÉ EUROPÉEN DE NORMALISATION

Management-Zentrum: rue de Stassart, 36 B-1050 Brüssel

Inhalt

	Seite
Vorwort.....	3
Einleitung.....	4
1 Anwendungsbereich.....	6
2 Normative Verweisungen.....	6
3 Begriffe.....	6
4 Anforderungen.....	7
4.1 Allgemeines.....	7
4.2 Chemische Eigenschaften.....	8
4.3 Anforderungen an die Materialien.....	8
4.4 Migration bestimmter Elemente.....	8
4.5 Migration von <i>N</i> -Nitrosaminen und <i>N</i> -nitrosierbaren Stoffen.....	9
4.6 Migration von 2-Mercaptobenzothiazol (MBT).....	9
4.7 Migration von Antioxidantien.....	9
4.8 Migration von 2,2-bis(4-hydroxyphenyl)propan [Bisphenol A] (BPA).....	10
4.9 Gehalt an flüchtigen Anteilen.....	10
5 Prüfverfahren.....	10
5.1 Vorbereitung der Proben.....	10
5.2 Bestimmung der Migration bestimmter Elemente.....	10
5.2.1 Kurzbeschreibung.....	10
5.2.2 Prüfeinrichtungen.....	10
5.2.3 Reagenzien (analysenrein, wenn nicht anders festgelegt).....	11
5.2.4 Auswahl der Prüfproben.....	11
5.2.5 Vorbehandlung der Prüfproben.....	11
5.2.6 Durchführung der Prüfung.....	11
5.2.7 Quantitative Bestimmung der migrierten Elemente.....	11
5.3 Bestimmung der Migration von <i>N</i> -Nitrosaminen und <i>N</i> -nitrosierbaren Stoffen.....	11
5.4 Bestimmung der Migration von 2-Mercaptobenzothiazol (MBT) und von Antioxidantien.....	12
5.4.1 Kurzbeschreibung.....	12
5.4.2 Prüfgeräte.....	12
5.4.3 Reagenzien: chemische Stoffe (analysenrein, wenn nicht anders festgelegt).....	12
5.4.4 Reagenzien: authentische Probensubstanzen (Reinheit größer als 98 %).....	12
5.4.5 Reagenzien: Standardlösungen.....	12
5.4.6 Durchführung der Prüfung.....	13
5.4.7 Berechnung.....	13
5.5 Bestimmung der Migration von 2,2-Bis(4-Hydroxyphenyl)propan [Bisphenol A].....	14
5.5.1 Kurzbeschreibung.....	14
5.5.2 Prüfgeräte.....	14
5.5.3 Reagenzien: Chemikalien (analysenrein, wenn nicht anders festgelegt).....	14
5.5.4 Reagenzien: authentische Proben (Reinheit > 98 %).....	14
5.5.5 Reagenzien: Standardlösungen.....	14
5.5.6 Durchführung der Prüfung.....	15
5.5.7 Mengenbestimmung an migriertem BPA.....	15
5.6 Bestimmung des Gehalts an flüchtigen Anteilen.....	15
5.6.1 Durchführung der Prüfung.....	15
Anhang A (informativ) Geeignetes HPLC-Gerät, Methode und Präzisionsdaten für die Bestimmung von 2-Mercaptobenzothiazol (MBT) und/oder Antioxidantien.....	17
Anhang B (informativ) Zur Bestimmung von 2,2-Bis(4-Hydroxyphenyl)propan [Bisphenol A] (BPA) geeignetes HPLC-Prüfgerät und -verfahren.....	19
Literaturhinweise.....	21

Vorwort

Dieses Dokument (EN 14350-2:2004) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 252 „Artikel für Säuglinge und Kleinkinder“ erarbeitet, dessen Sekretariat vom AFNOR gehalten wird.

Diese Europäische Norm muss den Status einer nationalen Norm erhalten, entweder durch Veröffentlichung eines identischen Textes oder durch Anerkennung bis Februar 2005, und etwaige entgegenstehende nationale Normen müssen bis Februar 2005 zurückgezogen werden.

Entsprechend der CEN/CENELEC-Geschäftsordnung sind die nationalen Normungsinstitute der folgenden Länder gehalten, dieses Dokument zu übernehmen: Belgien, Dänemark, Deutschland, Estland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Lettland, Litauen, Luxemburg, Malta, Niederlande, Norwegen, Österreich, Polen, Portugal, Schweden, Schweiz, Slowakei, Slowenien, Spanien, Tschechische Republik, Ungarn, Vereinigtes Königreich und Zypern.

Diese Europäische Norm EN 14350 „Artikel für Säuglinge und Kleinkinder — Artikel für flüssige Kindernahrung“ besteht aus den folgenden Teilen:

- *Teil 1: Allgemeine und mechanische Anforderungen und Prüfungen*
- *Teil 2: Chemische Anforderungen und Prüfungen.*

Einleitung

Dieses Dokument legt Mindestanforderungen an die Sicherheit von Artikeln für flüssige Kindernahrung und geeignete Prüfverfahren für diese Artikel fest.

Das vollständige Dokument harmonisiert erstmalig Mindestsicherheitsanforderungen und Prüfverfahren für Artikel für flüssige Kindernahrung. Einige der Bestimmungen sind anderen bestehenden nationalen und Europäischen Normen entnommen, und für diese Bestimmungen setzt das Technische Komitee eine frühere Validierung voraus.

Es ist nicht gestattet, Anspruch auf Konformität mit einzelnen Teilen dieses Dokuments zu erheben. Jeglicher Anspruch bezieht sich auf alle veröffentlichten Teile.

Die Anwendung dieses Dokuments kann gefährliche Materialien, Arbeitsgänge und/oder Einrichtungen einschließen. Dieses Dokument beabsichtigt nicht, auf alle bei ihrer Anwendung auftretenden Sicherheitsprobleme einzugehen. Es liegt in der Verantwortung des Anwenders dieses Dokuments, geeignete Methoden zum Schutz der Gesundheit und zur Einhaltung von Sicherheitsbestimmungen anzuwenden und zutreffende gesetzliche Einschränkungen vor Anwendung dieses Dokuments festzustellen.

Es wird empfohlen, dass sich Hersteller und Lieferanten in der Praxis nach der Norm EN ISO 9001 [7] für Qualitätsmanagementsysteme richten.

Sauger aus Elastomeren und Gummi fallen unter die Richtlinie 93/11/EWG [1], die die Freisetzung von *N*-Nitrosaminen und *N*-nitrosierbaren Stoffen aus Flaschen- und Beruhigungssaugern aus Elastomeren oder Gummi zum Inhalt hat. Diese Richtlinie enthält in den Anhängen die Skizze eines Analyseverfahrens, das als EN 12868 veröffentlicht worden ist.

Im Dokument ist ein Grenzwert für die Freisetzung von 2-Mercaptobenzothiazol (MBT) festgelegt. Dieser Grenzwert vermindert erheblich die mögliche Freisetzungsmenge dieser Substanz aus Artikeln für flüssige Kindernahrung. Der Wissenschaftliche Ausschuss für Lebensmittel der EG-Kommission hat beschlossen, dass dieser Grenzwert keine Gesundheitsgefährdung darstellt. Der Grenzwert für die Freisetzung von MBT wird erneut Gegenstand zukünftiger Studien und Empfehlungen sein.

Im Dokument ist ein Grenzwert für die Freisetzung von 2,2-Bis(4-Hydroxyphenyl)propan [Bisphenol A] (BPA) festgelegt. Der Wissenschaftliche Ausschuss für Lebensmittel der EG-Kommission hat beschlossen, dass sein (vorläufiger) Grenzwert (t-TDI) keine Gesundheitsgefährdung darstellt. Der Grenzwert für die Freisetzung von BPA wird erneut Gegenstand zukünftiger Studien und Empfehlungen sein.

Es wird darauf hingewiesen, dass für alle Kunststoffbestandteile der Artikel für flüssige Kindernahrung die Richtlinie 2002/72/EG [2] gilt, die sich auf Materialien und Gegenständen aus Kunststoff bezieht, die dazu bestimmt sind, mit Lebensmitteln in Berührung zu kommen.

Die Entscheidung der Kommission 99/815/EG [2], mit ihren nachfolgenden Erweiterungen, hat einstweilige Maßnahmen zum Verbot des Inverkehrbringens von Spielzeug- und Babyartikeln verabschiedet, die dazu bestimmt sind, von Kindern unter drei Jahren in den Mund genommen zu werden. Dieses Verbot bezieht sich auf Produkte, die aus Weich-PVC bestehen, das einen oder mehrere der Stoffe Diisononylphthalat (DINP); Di-(2-ethylhexyl)phthalat (DEHP), Dibutylphthalat (DBP), Diisodecylphthalat (DIDP), Di-n-octylphthalat (DNOP) oder Benzylbutylphthalat (BBP) enthält. Zum Zeitpunkt der Erarbeitung dieses Dokuments wurde eine abschließende Entscheidung erwartet. Dieses Dokument wird im Hinblick auf die anstehende Entscheidung überarbeitet werden.

Das Technische Komitee hat den Sachverhalt der Migration von Phthalat-Weichmachern aus Artikeln für Säuglinge und Kleinkinder, die nicht dazu bestimmt sind, in den Mund genommen zu werden, untersucht. In Anbetracht der Unzulänglichkeiten des erst kürzlich validierten (statischen) Prüfverfahrens für Weichmacher-Migration aus PVC [8] hat das Komitee ein verbessertes Prüfverfahren entwickelt, um Migrationsdaten unter realistischeren (dynamischen) Freisetzungsbedingungen bereitzustellen. Das Technische Komitee wird jedoch das offiziell anerkannte Verfahren vor seiner Anwendung auf Artikel für flüssige Kindernahrung (Trinkgefäße) untersuchen; derartige Artikel für Säuglinge und Kleinkinder können zusätzliche oder alternative Maßnahmen erfordern, je nach Anwendungsweise der Artikel für flüssige Kindernahrung und nach der potentiell längeren Einwirkungsdauer auf Säuglinge und Kleinkinder. Nach Abschluss dieser Untersuchung kann eine Ergänzung zu diesem Dokument verabschiedet werden.

Das Technische Komitee hat jeweils Formaldehyd, Caprolactam und Farbstoffe untersucht. Diese Untersuchungen sind im gegenwärtigen Stadium nicht in dieses Dokument aufgenommen worden, da keine adäquaten Angaben vorliegen, um deren potentielle Gefährlichkeit zufrieden stellend zu beurteilen, oder weil es keine validierten Verfahren gibt, mit denen das Migrationsniveau aus einschlägigen Produkten bestimmt werden kann. Sie werden aber einer erneuten Überprüfung unterzogen, sobald weitere Informationen vorliegen.

Aus ähnlichen Gründen wurde das Risiko einer Latex-Protein-Allergie ebenfalls nicht in dieses Dokument aufgenommen. Latex-Protein-Allergien bei Säuglingen und Kleinkindern treten extrem selten auf. Dennoch werden Angaben zu Trinkgefäßen, die Naturkautschuk-Latex enthalten, in Teil 1 dieses Dokuments bereitgestellt. Die Frage einer potentiellen Sensibilisierung gegenüber und allergischen Reaktion auf Kautschukprodukte wird erneut behandelt, sobald weitere Informationen vorliegen.

1 Anwendungsbereich

Dieser Teil dieses Dokuments legt Grenzwerte für die Migration bestimmter chemischer Stoffe aus Materialien fest, die für die Herstellung der folgenden Artikel für flüssige Kindernahrung verwendet werden:

- wiederverwendbarer Ernährungssauger und Trinkhilfen;
- wiederverwendbarer Fläschchen und Trinkbecher;
- Einmalfläschchen, Ernährungssaugern, Fütterungsbeuteln und Trinkhilfen, welche beim Kauf ungefüllt sind.

Eingeschlossen sind Prüfverfahren für die festgelegten chemischen Sicherheitsanforderungen.

Dies gilt nicht für Artikel für flüssige Kindernahrung, die für medizinische Anwendungen oder zur Benutzung unter ärztlicher Aufsicht vorgesehen sind.

Dieses Dokument gilt nicht für Schnuller. Sicherheitsanforderungen an und Prüfverfahren für Schnuller werden in EN 1400-1, EN 1400-2 und EN 1400-3 festgelegt.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden zitierten Dokumente sind für die Anwendung dieses Dokuments erforderlich. Bei datierten Verweisungen gilt nur die in Bezug genommene Ausgabe. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe des in Bezug genommenen Dokuments (einschließlich aller Änderungen).

EN 71-3, *Sicherheit von Spielzeug — Teil 3: Migration bestimmter Elemente*.

EN 12868, *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*.

EN ISO 3696, *Wasser für analytische Laborzwecke — Spezifikation und Prüfverfahren (ISO 3696:1987)*.

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die folgenden Begriffe.

3.1

Ernährungssauger

Ersatz für die Brustwarze der Mutter, mit dem nach Befestigung an einem Gefäß das Kind durch Saugen Flüssigkeit erhalten kann

3.2

Trinkhilfe

jedes Hilfsmittel außer Ernährungssaugern, mit dem das Kind Flüssigkeit aus einem Gefäß erhalten kann

BEISPIEL Ernährungstülle; Trinkschnabel.

3.2.1

Trinkhalm

Trinkhilfe in Form eines Hohlröhrchens, durch das Flüssigkeit gesogen werden kann

3.3

Gefäß

entweder ein Ernährungsfläschchen, Trinkbecher oder Ernährungsbeutel

3.3.1

Ernährungsfläschchen

Gefäß mit Skalenteilung zum visuellen Abmessen und das eine Flüssigkeit aufnehmen kann und das zum Ernähren eines Kindes mittels Ernährungssauger oder Trinkhilfe dient

3.3.2**Trinkbecher**

Gefäß, das weder Fläschchen noch Trinkbeutel ist und eine Nährflüssigkeit für Kinder aufnehmen kann

3.3.3**Ernährungsbeutel**

Beutel zur Aufnahme einer Nährflüssigkeit und wird zum Gebrauch mit einem Halter verwendet

— ANMERKUNG Ernährungsbeutel sind auch als „Fütterungsbeutel“ bekannt.

3.4**Befestigungsring**

Teil, das zur Befestigung eines Ernährungssaugers oder einer Trinkhilfe an einem Gefäß benutzt wird

3.5**Dichtscheibe**

Teil, das zum Abdichten zwischen Gefäß und Befestigungsring benutzt wird

3.6**Schutzkappe**

Teil, das einen Ernährungssauger oder eine Trinkhilfe abdeckt

3.7**zusammengehörende Einzelteile**

jedes der oben aufgeführten Einzelteile, das beim Füttern eines Kindes gemeinsam mit anderen Einzelteilen verwendet wird

3.8**mit Ziffern versehene Skalenteilungen**

nummerierte Markierungen, die das Flüssigkeitsvolumen innerhalb des Gefäßes anzeigen

3.9**Ernährungssauger, Trinkhilfen oder Gefäß zum einmaligen Gebrauch**

jeder Gegenstand der Artikel für flüssige Kindernahrung, der zum einmaligen Gebrauch verkauft wird

3.10**wiederverwendbares Teil**

Teil, das nach der Erstbenutzung zur Wiederverwendung vorgesehen ist

3.11**hervorstehende Teile**

Trinkhilfe, Ernährungssauger oder Löffel, ausgenommen Trinkhalme

4 Anforderungen**4.1 Allgemeines**

Die zur Herstellung von Trinkgefäßen verwendeten Materialien müssen den in Tabelle 1 aufgeführten Prüfungen unterzogen werden und den Anforderungen in 4.4 bis 4.9 entsprechen.

ANMERKUNG 1 Zusätzliche Informationen zum Endprodukt können aus den Richtlinien 82/711/EWG [4] und Änderungen aus 93/8/EWG und 97/48/EG, 85/572/EWG [5], 89/109/EWG [6] und 2002/72/EG [2] entnommen werden.

ANMERKUNG 2 Es wird empfohlen, dass Hersteller und Lieferanten nach EN ISO 9001 über Qualitätsmanagementsysteme arbeiten.

4.2 Chemische Eigenschaften

Die Vulkanisierungsbestandteile (MBT), Antioxidantien und Bisphenol A (BPA) stellen keine abschließende Liste dar. Andere als im vorliegenden Dokument erwähnte chemischen Stoffe können verwendet werden, wenn toxikologische Erkenntnisse zu diesen Stoffen oder deren Reaktionsprodukten vorliegen und diese zeigen, dass diese chemischen Stoffe in Artikeln für flüssige Kindernahrung kein erhöhtes Risiko darstellen und ein geeignetes analytisches Prüfverfahren für die Bestimmung der Migration vorliegt.

4.3 Anforderungen an die Materialien

Die für die Herstellung der Bestandteile von Artikeln für flüssige Kindernahrung verwendeten Materialien müssen den in Tabelle 1 mit einem X gekennzeichneten Prüfungen unterzogen werden.

Tabelle 1 — Erforderliche Prüfungen an Materialien

Material	Prüfungen					
	Migration bestimmter Elemente (siehe 5.2)	Migration von <i>N</i> -Nitrosaminen und <i>N</i> -nitrosierbaren Stoffen (siehe 5.3)	Migration von MBT (siehe 5.4)	Migration von Antioxidantien (siehe 5.4)	Migration von BPA (siehe 5.5)	Gehalt an flüchtigen Anteilen (siehe 5.6)
Vulkanisierbarer Kautschuk	X	X	X	X		
Silikongummi	X	X				X
Thermoplastische Elastomere (TPE)	X	X				
Glas	X					
Thermoplastische Kunststoffe	X				X ^a	

^a Nur thermoplastische Kunststoffe, die Polycarbonat oder Polysulfon enthalten, müssen auf Bisphenol A geprüft werden

4.4 Migration bestimmter Elemente

Die Migration von Elementen aus allen Materialien, die zur Herstellung von Artikeln für flüssige Kindernahrung verwendet werden, darf bei Prüfung nach 5.2 die in Tabelle 2 angegebenen Grenzwerte nicht überschreiten.

Enthalten Artikel für flüssige Kindernahrung Bestandteile, die aus unterschiedlichem(n) Material(ien) oder in verschiedenen Farben hergestellt wurden, müssen alle Bestandteile einzeln geprüft werden. Verzierungen müssen als Teil(e) des (der) Materials(ien) angesehen werden, auf die sie aufgedruckt sind.

Tabelle 2 — Grenzwerte für die Migration von Elementen aus Artikeln für flüssige Kindernahrung

Element	Grenzwert (mg/kg)
Antimon, Sb	15
Arsen, As	10
Barium, Ba	100
Cadmium, Cd	20
Blei, Pb	25
Chrom, Cr	10
Quecksilber, Hg	10
Selen, Se	100

ANMERKUNG Das in EN 71-3 festgelegte analytische Verfahren wurde in diesem Dokument auf Artikel für flüssige Kindernahrung angewendet. Die Grenzwerte wurden, basierend auf den Nachweisgrenzen für jedes Element, mit Hilfe von allgemein erhältlichen Analysetechniken festgesetzt.

4.5 Migration von *N*-Nitrosaminen und *N*-nitrosierbaren Stoffen

Die Gesamtabgabe von *N*-Nitrosaminen und *N*-nitrosierbaren Stoffen aus Elastomer- oder Gummibestandteilen darf bei Prüfung nach 5.3 die in Tabelle 3 enthaltenen Grenzwerte nicht überschreiten.

Tabelle 3 — Migration von *N*-Nitrosaminen und *N*-nitrosierbaren Stoffen und Toleranzen

Substanz	Grenzwert mg/kg	Toleranz mg/kg
<i>N</i> -Nitrosamine	0,01	0,01
<i>N</i> -nitrosierbare Stoffe	0,1	0,1

4.6 Migration von 2-Mercaptobenzothiazol (MBT)

Werden Bestandteile des Artikels für flüssige Kindernahrung aus Elastomeren nach 5.4 geprüft, darf die Migration des folgenden chemischen Stoffes nicht größer als 8 mg/kg sein.

2-Mercaptobenzothiazol oder 2(3H)-Benzothiazolethion

CAS Nr. 149-30-4

IUPAC 1,3-Benzothiazol-2-thiol.

4.7 Migration von Antioxidantien

Werden Bestandteile des Artikels für flüssige Kindernahrung aus Elastomeren nach 5.4 geprüft, darf die Migration des folgenden chemischen Stoffes nicht größer als 30 µg/100 ml oder 60 µg/dm² sein.

2,6-bis(1,1-dimethylethyl)-4-methylphenol (BHT)

CAS Nr. 128-37-0

IUPAC 2,6-di-tert-butyl-*p*-cresol.

EN 14350-2:2004 (D)

Werden Bestandteile des Artikels für flüssige Kindernahrung aus Elastomeren und Thermoplasten nach 5.4 geprüft, darf die Migration des folgenden chemischen Stoffes nicht größer als 15 µg/100 ml oder 30 µg/dm² sein.

2,2'-Methylen-bis(6-(1,1-dimethylethyl)-4-methylphenol) (Antioxidant 2246)

CAS Nr. 119-47-1

IUPAC 6,6'-di-tert-butyl-2,2'-methylen-di-*p*-cresol.

4.8 Migration von 2,2-bis(4-hydroxyphenyl)propan [Bisphenol A] (BPA)

Bei Prüfung von thermoplastischen Bestandteilen bei Artikeln für flüssige Kindernahrung nach 5.5 darf die Migration des folgenden chemischen Stoffes 0,03 µg/ml nicht überschreiten:

2,2-bis(4-hydroxyphenyl)propan [Bisphenol A] (BPA)

CAS Nr 80-05-7

IUPAC 4,4'-(Methylethyliden)-bisphenol oder 4,4'-Isopropylidendiphenol

4.9 Gehalt an flüchtigen Anteilen

Werden Silikongummiteile des Artikels für flüssige Kindernahrung nach 5.6 geprüft, darf der Gehalt an flüchtigen Anteilen 0,5 % (m/m) nicht überschreiten.

5 Prüfverfahren

5.1 Vorbereitung der Proben

Die Probenvorbereitung findet auf alle Prüfungen, außer 5.3, Anwendung.

5.1.1 Proben aus wiederverwendbaren Produkten müssen für 10 min in kochendes Wasser (nach EN ISO 3696, Grad 3) eingetaucht werden, ohne die Behälterwände zu berühren.

ANMERKUNG Mit diesem Verfahren soll die während des Herstellungsprozesses entstandene Oberflächenschicht entfernt und sichergestellt werden, dass der Aufbau und die verwendeten Materialien beständig gegenüber kochendem Wasser sind.

5.1.2 Für jede Prüfung müssen neue Proben, vorzugsweise aus demselben Los, verwendet werden.

5.1.3 Proben und Prüfproben dürfen nur mit geeigneten (weder aus vulkanisiertem Kautschuk noch Kunststoff hergestellten) Handschuhen behandelt werden und müssen in dicht verschlossenen, migrationsfreien (Glas-) Behältern lichtgeschützt gelagert werden.

5.2 Bestimmung der Migration bestimmter Elemente

5.2.1 Kurzbeschreibung

Die in EN 71-3 festgelegten analytischen Methoden wurden in diesem Dokument für Artikel für flüssige Kindernahrung angewandt. Lösliche Elemente (Antimon, Arsen, Barium, Cadmium, Chrom, Blei, Quecksilber und Selen) werden aus den Einzelbestandteilen der Artikel für flüssige Kindernahrung, die dem Kind zugänglich sind, extrahiert. Dabei muss der Kontakt mit der Magensäure simuliert werden. Die Konzentrationen an löslichen Elementen werden quantitativ beschrieben.

5.2.2 Prüfeinrichtungen

5.2.2.1 Wasserbad, in dem das Prüfgemisch geschüttelt und dessen Temperatur bei (37 ± 2) °C gehalten werden kann.

5.2.2.2 pH-Messgerät mit einer Genauigkeit von $\pm 0,2$ pH-Einheiten.

5.2.2.3 Membranfilter mit $0,45 \mu\text{m}$ Porengröße.

5.2.2.4 Zentrifuge zum Zentrifugieren mit $(5\,000 \pm 500) \text{min}^{-1}$.

5.2.3 Reagenzien (analysenrein, wenn nicht anders festgelegt)

5.2.3.1 Salzsäurelösung, $(0,07 \pm 0,005) \text{mol/l}$.

5.2.3.2 Salzsäurelösung, $(2,0 \pm 0,2) \text{mol/l}$.

5.2.3.3 Destilliertes Wasser.

5.2.4 Auswahl der Prüfproben

Die Prüfproben müssen aus jedem Einzelbestandteil des Artikels für flüssige Kindernahrung entnommen werden, das dem Kind zugänglich ist. Zusammengesetzte Teile müssen getrennt und als getrennte Teile geprüft werden.

5.2.5 Vorbehandlung der Prüfproben

Es müssen mindestens 100 mg, vorzugsweise 1 g, einer repräsentativen Prüfprobe eines jeden Einzelbestandteils des Trinkgefäßes vorliegen. Ein Aufheizen der Materialien während des Trennens der Bestandteile und des Schneidens in Teile muss vermieden werden.

Ernährungssauger dürfen nur einmal in Längsrichtung geschnitten werden. Alle anderen Bestandteile werden möglichst in Stücke mit 4 mm bis 6 mm Länge und höchstens 6 mm Breite geschnitten.

5.2.6 Durchführung der Prüfung

Die vorbereitete Prüfprobe (5.2.5) wird bei $(37 \pm 2)^\circ\text{C}$ mit dem 50fachen ihrer Masse einer wässrigen Salzsäurelösung (5.2.3.1) in einem Gefäß gemischt, das ein 1,5- bis 5fach größeres Volumen als das der Säure besitzt. Das Gefäß wird im Wasserbad (5.2.2.1) für $(60 \pm 5) \text{s}$ geschüttelt und der pH-Wert des Gemisches wird mit dem pH-Messgerät (5.2.2.2) bestimmt. Wenn der pH-Wert über 1,5 liegt, wird tropfenweise eine wässrige Salzsäurelösung (5.2.3.2) unter Schütteln hinzugefügt, bis der pH-Wert zwischen 1,0 und 1,5 liegt. Die Mischung muss vor Licht geschützt und ununterbrochen unter den gleichen Bedingungen weitere $(60 \pm 1) \text{min}$ geschüttelt und dann für $(60 \pm 1) \text{min}$ bei der gleichen Temperatur stehengelassen werden.

Unverzüglich nach der Standzeit werden die Feststoffe von der Lösung abgetrennt, zuerst durch Membranfiltration (5.2.2.3) und bei Bedarf durch Zentrifugieren (5.2.2.4) mit bis zu $5\,000 \text{min}^{-1}$ für höchstens 10 min. Das Zentrifugieren ist im Prüfbericht aufzuführen.

Wenn die Lösungen länger als einen Tag vor der Analyse aufbewahrt werden müssen, sind sie durch Zugabe von Salzsäure zu stabilisieren, so dass die Konzentration der aufbewahrten Lösung etwa 1mol/l beträgt.

5.2.7 Quantitative Bestimmung der migrierten Elemente

Zur quantitativen Bestimmung sind Verfahren mit einer Nachweisgrenze anzuwenden, die mindestens bei 1/10 der zu bestimmenden Werte der Elemente liegt.

ANMERKUNG Die Nachweisgrenze eines Verfahrens wird als das 3fache der Standardabweichung der Werte der Blindprobe angenommen, die von dem Laboratorium ermittelt wurden, das die Analyse vorgenommen hat.

5.3 Bestimmung der Migration von *N*-Nitrosaminen und *N*-nitrosierbaren Stoffen

Zur Bestimmung des Gehalts an *N*-Nitrosaminen und *N*-nitrosierbaren Stoffen in Artikeln für flüssige Kindernahrung muss das Verfahren nach EN 12868 angewendet werden.

5.4 Bestimmung der Migration von 2-Mercaptobenzothiazol (MBT) und von Antioxidantien

5.4.1 Kurzbeschreibung

Es wird die quantitative Bestimmung von MBT und/oder seiner Metallsalze in wässrigen Migrationsflüssigkeiten durchgeführt. MBT wird mit Hilfe von Hochleistungs-Flüssigkeitschromatographie (HPLC) und Ultraviolett(UV)-Detektion bei spezifischer Wellenlänge entweder durch Direktinjektion der wässrigen Migrationsflüssigkeit oder in aufkonzentrierter Lösung identifiziert und bestimmt. Die Identifizierung wird durch Vergleich des mit einem Diodenarraydetektor aufgenommenen UV-Spektrums der Probensubstanz mit dem Spektrum einer authentischen MBT-Vergleichsprobe bestätigt.

ANMERKUNG Die Methode basiert auf einer von G. Blosczyk und H.-J. Doemling [9] und G. Blosczyk [10] veröffentlichten Arbeit.

Die Methode wird auch für die qualitative und quantitative Bestimmung der Antioxidantien 2,6-bis(1,1-dimethylethyl)-4-methyl-phenol (Antioxidant BHT) und 2,2'-Methylen-bis(6-(1,1-dimethylethyl)4-methyl-phenol) (Antioxidant 2246) angewendet. Sie werden ebenfalls mit Hilfe von HPLC und UV-Detektion bei spezifischer Wellenlänge identifiziert und bestimmt. Die Identifizierung wird durch Vergleich der mit einem Diodenarraydetektor aufgenommenen UV-Spektren der Probensubstanzen mit den Spektren authentischer Vergleichsproben bestätigt. Für unbekannte Proben wird eine weitere Identifizierungsstufe durch Dünnschichtchromatographie (TLC) oder Gaschromatographie (GLC) empfohlen.

5.4.2 Prüfgeräte

5.4.2.1 HPLC-Gerät mit einem 20- μ l-Injektionsschleifen-Diodenarraydetektor, der mit einem Integrationszähler oder einem PC mit Chromatographie-Software verbunden ist.

5.4.2.2 HPLC-Säule, die MBT von den Antioxidantien trennen und die Antioxidantien so weit voneinander abtrennen kann, dass die Peaks um nicht mehr als 1 % der Peakfläche miteinander und mit Interferenzen von anderen Probenbestandteilen überlagern.

5.4.3 Reagenzien: chemische Stoffe (analysenrein, wenn nicht anders festgelegt)

5.4.3.1 Wasser (HPLC-rein).

5.4.3.2 Acetonitril (HPLC-rein).

5.4.3.3 Destilliertes Wasser.

5.4.3.4 Dichlormethan (zur Rückstandsanalyse).

5.4.3.5 Wasserfreies Natriumsulfat.

5.4.3.6 Essigsäure, 3 % (w/v) wässrige Lösung.

5.4.4 Reagenzien: authentische Probensubstanzen (Reinheit größer als 98 %)

5.4.4.1 2-Mercaptobenzothiazol (MBT).

5.4.4.2 2,6-bis(1,1-dimethylethyl)-4-methyl-phenol (Antioxidant BHT).

5.4.4.3 2,2'-Methylen-bis(6-(1,1-dimethylethyl)-4-methyl-phenol (Antioxidant 2246).

5.4.5 Reagenzien: Standardlösungen

5.4.5.1 Standard-MBT-Lösung.

Es werden sechs Standardlösungen hergestellt, die zum Beispiel 1,0 mg, 2,0 mg, 5,0 mg, 10,0 mg, 15,0 mg und 20,0 mg MBT (5.4.4.1) je Liter Acetonitril (5.4.3.2) enthalten.

5.4.5.2 Standard-Antioxidantien-Lösung

Es wird eine Lösung aus den beiden Antioxidantien hergestellt, die 30 µg des Antioxidants BHT (5.4.4.2) und 15 µg des Antioxidants 2246 (5.4.4.3) in 5 ml Acetonitril (5.4.3.2) enthält.

5.4.6 Durchführung der Prüfung

Von der vorbehandelten Probe wird 1 dm² bzw., wenn 1 dm² nicht zur Verfügung steht, die größtmögliche Fläche, abgewogen und in so wenig Teile wie möglich zerschnitten. Die Anzahl der Teile wird durch die Halsweite eines 250-ml-Kolbens vorgegeben. Die Fläche der Probe ist gleich der Summe der Innen- und Außenflächen.

ANMERKUNG 1 Ein Ernährungssauger wird üblicherweise nur in zwei Teile zerschnitten.

ANMERKUNG 2 Zur Unterstützung der Flächenmessung wird das Teil aus Elastomer oder Thermoplast in verschiedene Teile zerschnitten und diese werden auf Millimeterpapier gezeichnet. Die Anzahl der Quadrate innerhalb jeder Linie wird gezählt und addiert.

Die Probe wird für 24 h in wässrigen Migrationslösungen (Wasser, stellvertretend für Milch und 3 %ige Essigsäure, stellvertretend für Fruchtsäfte) im Verhältnis 1 cm²/2 ml wässriger Migrationslösung bei 40 °C in einem Trockenschrank gelagert.

Nach dem Entfernen der festen Teile wird die wässrige Migrationsflüssigkeit zweimal mit je 50 ml Dichlormethan (5.4.3.4) ausgeschüttelt. Die vereinigten organischen Phasen werden über wasserfreiem Natriumsulfat (5.4.3.5) getrocknet und schonend zur Trockne eingeeengt. Der Rückstand wird anschließend in 5 ml Acetonitril (5.4.3.2) erneut gelöst.

ANMERKUNG 3 Konzentrationssäulen können anstelle des Schüttelns mit Dichlormethan angewendet werden.

5.4.7 Berechnung

5.4.7.1 MBT

Die sechs Standardlösungen (5.4.5.1) werden jeweils dreimal in ein HPLC-Gerät (5.4.2.1) mit HPLC-Säule (5.4.2.2) injiziert. Aus den achtzehn Werten wird eine Kalibrierkurve mit mg MBT/kg Material hergestellt.

Die Prüflösung (5.4.6) wird in das HPLC-Gerät injiziert. Mit der Kalibrierkurve wird der Gehalt der Prüflösung an MBT entweder von Hand oder mit der entsprechenden Software bestimmt. Es muss eine Nachweisgrenze von ≤ 0,1 µg MBT/ml Probenlösung erhalten werden.

ANMERKUNG 1 Anhang A beschreibt ein geeignetes HPLC-Gerät, Methode und Präzisionsdaten.

ANMERKUNG 2 Die Kalibrierkurve soll gradlinig sein und der Korrelationskoeffizient 0,997 oder mehr betragen.

ANMERKUNG 3 Es wird empfohlen, die Prüfung mindestens einmal zu wiederholen.

5.4.7.2 Antioxidantien

Die Standardlösung (5.4.5.2) wird in ein HPLC-Gerät (5.4.2.1) mit HPLC-Säule (5.4.2.2) injiziert. Die Probenlösung (5.4.6) wird in der gleichen Weise injiziert. Die Menge an migrierten Antioxidantien wird in mg Antioxidant/cm² Material durch Vergleich der Peakflächen in den Chromatogrammen der Standardlösung und der Probenlösung entweder von Hand oder mit der entsprechenden Software bestimmt.

Wenn die Peakflächen der Antioxidantien in der Prüflösung größer sind als die Standard-Peakflächen, werden Chromatogramme zusätzlicher Standardlösungen aufgenommen, um eine Kalibrierkurve von dem interessierenden Bereich aufzustellen. Der Gehalt migrierter Antioxidantien wird aus der Kalibrierkurve bestimmt.

ANMERKUNG 1 In Anhang A wird ein geeignetes HPLC-Gerät, Methode und Präzisionsdaten beschrieben.

ANMERKUNG 2 Es wird empfohlen, die Prüfung mindestens einmal zu wiederholen.

5.5 Bestimmung der Migration von 2,2-Bis(4-Hydroxyphenyl)propan [Bisphenol A]

5.5.1 Kurzbeschreibung

BPA wird aus den Prüfgegenständen in wässrige Simulanzlebensmittel extrahiert, nachgewiesen und dessen Konzentration durch Hochleistungs-Flüssigkeitschromatographie (HPLC) mit Fluoreszenz-Detektion (FLD) bestimmt.¹⁾

ANMERKUNG 1 Auf BPA-Konzentrationen von weniger als 0,1 µg/ml ist nur FLD anwendbar.

ANMERKUNG 2 Alternative Analysen-Methodik wie z. B. Gas-Chromatographie (GC) ist dokumentiert worden und darf angewendet werden. Jedoch besitzt das HPLC-Verfahren im Vergleich zum Gaschromatographie-Verfahren den Vorteil, dass Bisphenol A in direkter Migration ohne Vorkonzentrierung und Derivatisierung bestimmt werden kann.

5.5.2 Prüfgeräte

5.5.2.1 Der Hochleistungs-Flüssigkeitschromatograph wird vorzugsweise mit einer automatischen 50-µl-Injektionsschleife und einem Fluoreszenz-Detektor und Datenverarbeitungs-Software ausgestattet.

5.5.2.2 HPLC-Trennsäule, die BPA völlig von Peaks, die von Simulanzlösemitteln stammen, und/oder den verwendeten Lösungsmitteln trennen kann.

5.5.2.3 Membranfilter mit einer Porengröße von 0,45 µm.

5.5.2.4 Analysenwaage mit einer Empfindlichkeit von 0,000 1 g.

5.5.2.5 Mikrospritzen: 10 µl, 20 µl und 50 µl.

5.5.3 Reagenzien: Chemikalien (analysenrein, wenn nicht anders festgelegt)

5.5.3.1 Wasser (HPLC-rein).

5.5.3.2 Methanol (HPLC-rein).

5.5.3.3 Destilliertes Wasser.

5.5.3.4 Essigsäure, 3 % (m/v) wässrige Lösung.

5.5.4 Reagenzien: authentische Proben (Reinheit > 98 %)

5.5.4.1 2,2-Bis(4-Hydroxyphenyl)propan [Bisphenol A] (BPA).

5.5.5 Reagenzien: Standardlösungen

5.5.5.1 Standardstammlösungen von BPA in Methanol bei bekannter Konzentration von etwa 1,0 mg/ml.

Etwa 100 mg BPA (5.5.4.1) werden auf 0,1 mg in einen 100-ml-Messkolben eingewogen. Das BPA wird in Methanol (5.5.3.2) gelöst und der Kolben bis zur Marke mit Methanol aufgefüllt.

Es ist die Konzentration in µg BPA je ml Lösung zu berechnen.

Das Verfahren ist zu wiederholen, um eine zweite Stammlösung herzustellen.

1) Dieses Verfahren basiert teilweise auf prCEN/TS 13130-13 [11].

ANMERKUNG Die Lösung kann bei +4 °C in einem geschlossenen Behälter für einen Zeitraum von mindestens 3 Wochen unter Ausschluss von Licht im Kühlschrank aufbewahrt werden.

5.5.5.2 Kalibrierlösungen

Mit einer Mikrospritze sind 0 µl, 10,0 µl, 20,0 µl, 30,0 µl, 40,0 µl, 50,0 µl der Standardstammlösung (5.5.5.1) in eine Reihe von sechs 1 000-ml-Messkolben zu überführen und das Volumen bis zur Marke mit frischem analytffreiem wässrigem Simulanzlösemittel (5.5.3.3 oder 5.5.3.4) aufzufüllen und gründlich durchzumischen.

Das Verfahren wird mit dem anderen analytffreien wässrigen Simulanzlösemittel (5.5.3.3 oder 5.5.3.4) wiederholt.

Die genauen Konzentrationen von BPA in den Kalibrierproben sind in µg/ml zu berechnen.

Für mindestens ein Simulanzlösemittel wird das Verfahren mit der zweiten Stammlösung (5.5.5.1) wiederholt.

5.5.6 Durchführung der Prüfung

Es sind 100 ml des wässrigen Simulanzlebensmittels (5.5.3.3 oder 5.5.3.4) in den Artikel für flüssige Kindernahrung einzufüllen. Erweist sich dieses Volumen als zu groß für den Prüfgegenstand, dann ist ein bekanntes Volumenäquivalent von 50 % des Fassungsvermögens des Artikels für flüssige Kindernahrung zu verwenden. Die Lagerung hat unter statischen Bedingungen für 24 Stunden bei 40 °C in einem Trockenschrank zu erfolgen, bevor annähernd 1 ml der Lösung in ein für HPLC-Injektion geeignetes Probenfläschchen (Vial) gefüllt wird.

Das Verfahren wird mit dem anderen analytffreien wässrigen Simulanzlebensmittel (5.5.3.3 oder 5.5.3.4) wiederholt.

Ist eine Lagerung erforderlich, müssen Probenlösungen bei + 4 °C in geschlossenen Behältern unter Ausschluss von Licht im Kühlschrank aufbewahrt werden.

5.5.7 Mengenbestimmung an migriertem BPA

Die Kalibrierlösungen (5.5.5.2) sind in einen HPL-Chromatographen (5.5.2.1) mit HPLC-Trennsäule (5.5.2.2) zu injizieren. Es werden Kalibrierkurven des µg-BPA/ml-Simulanzlebensmittels unter Verwendung der zwölf Werte der beiden Stammlösungen aufgestellt.

ANMERKUNG 1 Die Kalibrierkurve sollte geradlinig und der Korrelationskoeffizient 0,997 oder besser sein. Beide Reihen der Kalibrierlösungen, die aus voneinander unabhängig angesetzten Stammlösungen hergestellt worden sind, sollten gegenkontrolliert werden, indem zwei Kalibrierkurven auf der Grundlage der Peak-Verhältnis-Messung um höchstens ± 5 % voneinander abweichen.

Die Lösungen der Prüfproben (5.5.6) sind in einen HPL-Chromatographen zu injizieren. Zur Bestimmung des BPA-Gehalts der Prüflösung ist die Kalibrierkurve anzuwenden, entweder von Hand oder mit Hilfe von Datenverarbeitungssoftware. Dabei muss eine Nachweisgrenze von ≤ 20 µg BPA/l der Probenlösung (0,02 µg BPA/ml) erreicht werden.

ANMERKUNG 2 Geeignetes HPLC-Prüfgerät und geeignetes HPLC-Prüfverfahren sind in Anhang B beschrieben.

ANMERKUNG 3 Es wird empfohlen, die Prüfung mindestens zweimal zu wiederholen.

5.6 Bestimmung des Gehalts an flüchtigen Anteilen

5.6.1 Durchführung der Prüfung

Alle Einwaagen sind mit einer Genauigkeit von mindestens ± 0,1 mg durchzuführen.

Überschusswasser aus der Phase der Probenvorbereitung (5.1.1) ist zu entleeren.

Ein flacher, offener Behälter ist für 1 h bei (100 ± 5) °C vorzuerhitzen. Danach muss der Behälter in einem Exsikkator für 1 h abgekühlt und gewogen werden (Gewicht a).

EN 14350-2:2004 (D)

Annähernd 10 g der gesamten Probe werden in ein Gefäß eingewogen und in einem Trockenschrank bei $(100 \pm 5) ^\circ\text{C}$ mit Frischlufteinlass gelagert. Nach 1 h werden das Gefäß und die Probe für mindestens 2 h in einem Exsikkator abgekühlt und gewogen (Gewicht b).

Das Gefäß mit der Probe ist erneut in einem Trockenschrank bei $(200 \pm 5) ^\circ\text{C}$ mit Frischlufteinlass zu lagern. Nach 4 h werden das Gefäß und die Probe für mindestens 2 h in einem Exsikkator abgekühlt und zurückgewogen (Gewicht c).

Der Gehalt an flüchtigen Anteilen wird aus der prozentualen Gewichts­differenz zwischen Gewichtskontrolle b und Gewichtskontrolle c errechnet, nach Abzug des Gewichts des Gefäßes (Gewicht a).

ANMERKUNG Es wird empfohlen, die Prüfung mindestens zweimal zu wiederholen.

Anhang A (informativ)

Geeignetes HPLC-Gerät, Methode und Präzisionsdaten für die Bestimmung von 2-Mercaptobenzothiazol (MBT) und/oder Antioxidantien

Die folgende Säule hat sich als geeignet erwiesen: C₈-Umkehrphase z. B. Spherisorb C₈, 5 µm Durchmesser, Länge 25 cm.

Die folgenden Betriebsbedingungen haben sich für diese Säule als geeignet erwiesen: Mobile Phase (Eluent A): Wasser mit 1 % Acetonitril und mobile Phase (Eluent B): Acetonitril. Die mobile Phase kann eine Gasabscheidung erforderlich machen.

Das Gradientprogramm wird in Tabelle A.1 dargestellt.

Tabelle A.1 — Gradientprogramm

Zeit (min)	Eluent A %	Eluent B %
0 bis 2	70	30
2 bis 17 linear bis	10	90
17 bis 22	10	90
22 bis 25 linear bis	70	30
25 bis 28 ^a	70	30
^a Oder länger, falls weitere Äquilibrierung für notwendig erachtet wird.		

Es ist möglich, dass der Gradient des Eluenten verändert werden muss, falls eine andere als die oben beschriebene Säule verwendet wird.

Flussrate: 1 ml/min

Detektion:

- a) MBT: UV 320 nm, Diodenarrayspektrum von 240 nm bis 360 nm, Detektorprogrammierung von Zeit 5 min bis 12 min
- b) Antioxidantien: UV 280 nm, Diodenarrayspektrum von 240 nm bis 360 nm, Detektorprogrammierung von Zeit 12 min bis Zeit 25 min

Retentionszeiten:

- a) MBT: etwa 9 min (maximal 320 nm)
- b) Antioxidant BHT: etwa 20 min (maximal 278 nm)
- Antioxidant 2246: etwa 21 min (maximal 282 nm)
- Injektionsvolumen: 20 µl.

Es kann erforderlich sein, die geeigneten Betriebsbedingungen in Abhängigkeit vom verwendeten Gerätetyp festzulegen.

Typische Chromatogramme für MBT und die Antioxidantien BHT und 2246 sind in Bild A.1 dargestellt.

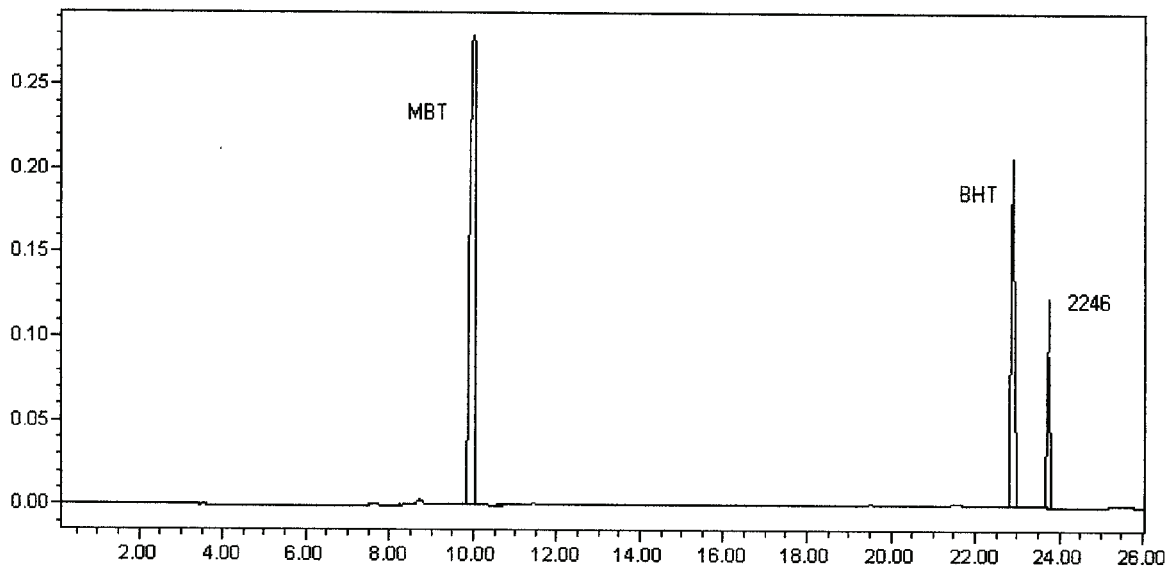


Bild A.1 — Chromatogramme von MBT und Antioxidantien (Absorption (Absorptionseinheiten) in Abhängigkeit von Retentionszeit (min))

Präzisionsdaten

Statistische Analysen einer kürzlich durchgeführten gemeinsamen Testreihe von sieben Laboratorien, zeigten die Wiederholbarkeit und Reproduzierbarkeit der MBT-Methode wie folgt:

durchschnittliche Wiederholbarkeit, $r = 3,0$; und

durchschnittliche Reproduzierbarkeit $R = 7,4$

und der Koeffizient der Variierung der Wiederholbarkeit und Reproduzierbarkeit:

durchschnittlicher Koeffizient der Variierung der Wiederholbarkeit $CV_r = 10,4 \%$; und

durchschnittlicher Koeffizient der Variierung der Reproduzierbarkeit $CV_R = 23,4 \%$.

ANMERKUNG Koeffizientenvariierung CV ist der Quotient der Standardabweichung zum Verhältnis entsprechend der ISO 3534-1 [12].

Anhang B (informativ)

Zur Bestimmung von 2,2-Bis(4-Hydroxyphenyl)propan [Bisphenol A] (BPA) geeignetes HPLC-Prüfgerät und -verfahren

Folgende Säulen und Betriebsbedingungen sind als geeignet für die Bestimmung von BPA befunden worden:

Trennsäule:	LATEK 250 mm x 4 mm Nucleosil 100-5-C 18.
Säulentemperatur:	25 °C.
Mobile Phase:	Methanol : Wasser (65 : 35); isokratisch.
Durchflussmenge:	0,6 ml/min.
Injektionsvolumen:	40 µl.
Nachweis:	BPA : FLD; Anregungswellenlänge Ex = 275 nm, Emissionswellenlänge Em = 313 nm.
Retentionszeit:	BPA; annähernd 10,2 min.
oder	
Trennsäule:	nichtrostender Stahl von 250 mm x 4,6 mm, gepackt mit C 18-beschichtetem sphärischem Kieselgel, Partikelgröße 5 µm (beladen mit 9 % Kohlenstoff und mit Endkappen versehen (Hypersil ODS 5 µm)).
Säulentemperatur:	25 °C.
Mobile Phase:	Methanol : Wasser (70 : 30).
Durchflussmenge:	1,0 ml/min.
Injektionsvolumen:	40 µl.
Nachweis:	BPA : FLD; Anregungswellenlänge Ex = 275 nm, Emissionswellenlänge Em = 313 nm.
Retentionszeit:	BPA; annähernd 4,5 min.

Abhängig vom Typ der verwendeten Apparatur kann sich die Notwendigkeit ergeben, zweckdienliche Betriebsbedingungen festzulegen.

Ein typisches Chromatogramm für BPA ist auf Bild B.1 dargestellt.

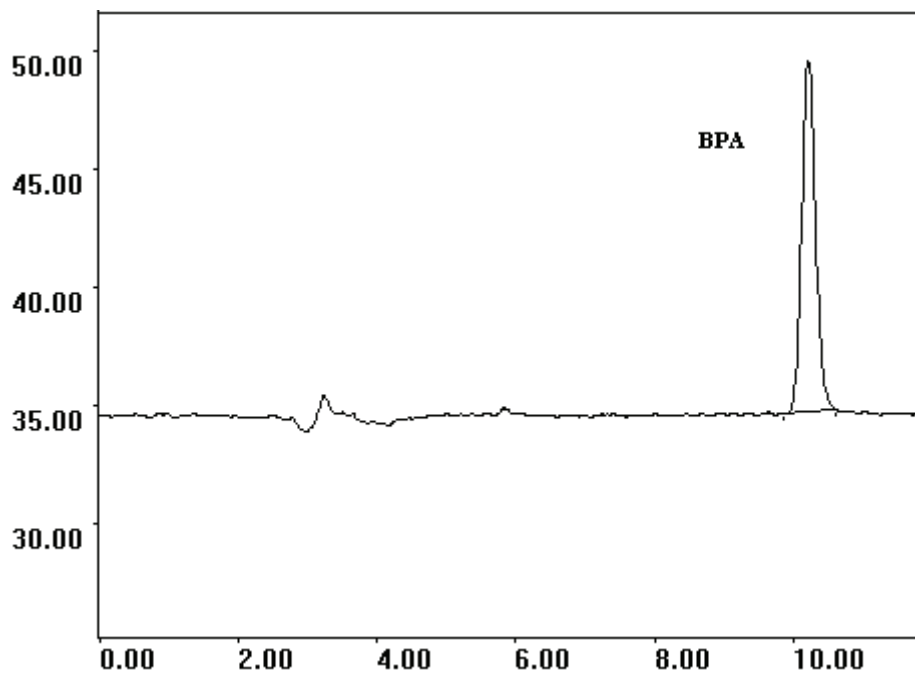


Bild B.1 — BPA-Chromatogramm (Extinktion (V) in Abhängigkeit von Retentionszeit (min))

Präzisionsdaten

Dieses Präzisionsverfahren ist nicht durch Ringversuche als gültig ermittelt worden. Es ist jedoch einem gleichrangigen Bewertungsverfahren unterworfen worden, das sich aus der Arbeit an der Verfahrensentwicklung ergeben hat.

Die ermittelte relative Standardabweichung des Verfahrens unter Labor-Wiederholbedingungen (RSD) beträgt weniger als 4,5 % und üblicherweise weniger als 2,0 %.

Literaturhinweise

Dieses Dokument enthält Verweisungen auf EU-Richtlinien und andere Veröffentlichungen. Die Verweisungen sind an der jeweiligen Stelle im Text zitiert und die Publikationen sind nachstehend aufgeführt.

- [1] 93/11/EWG, *Richtlinie der Kommission vom 15. März 1993 über die Freisetzung von N-Nitrosaminen und N-nitrosierbaren Stoffen aus Flaschen- und Beruhigungssaugern aus Elastomeren oder Gummi.*
- [2] 2002/72/EG, *Richtlinie der Kommission vom 6. August 2002 über Materialien und Gegenstände aus Kunststoff, die dazu bestimmt sind, mit Lebensmitteln in Berührung zu kommen.*
- [3] 99/8815/EG *Entscheidung der Kommission vom 7. Dezember 1999 über Maßnahmen zur Untersagung des Inverkehrbringens von Spielzeug- und Babyartikeln, die dazu bestimmt sind, von Kindern unter drei Jahren in den Mund genommen zu werden, und aus Weich-PVC bestehen, das einen oder mehrere der Stoffe Diisononylphthalat (DINP), Di-(2-ethylhexyl)phthalat (DEHP), Dibutylphthalat (DBP), Diisodecylphthalat (DIDP), Di-n-octylphthalat (DNOP) oder Benzylbutylphthalat (BBP) enthält.*
- [4] 82/711/EWG und Ergänzungsanträge 93/8/EWG und 97/48/EG, *Richtlinie des Rates vom 18. Oktober 1982 über die Grundregeln für die Ermittlung der Migration aus Materialien und Gegenständen aus Kunststoff, die dazu bestimmt sind, mit Lebensmitteln in Berührung zu kommen, einschließlich aller technisch relevanten Änderungen.*
- [5] 85/572/EWG, *Richtlinie des Rates vom 19. Dezember 1985 über die Liste der Simulanzlösemittel für die Migrationsuntersuchungen von Materialien und Gegenständen aus Kunststoff, die dazu bestimmt sind, mit Lebensmitteln in Berührung zu kommen.*
- [6] 89/109/EWG, *Richtlinie des Rates vom 21. Dezember 1989 zur Angleichung der Rechtsvorschriften der Mitgliedstaaten über Materialien und Gegenstände, die dazu bestimmt sind, mit Lebensmitteln in Berührung zu kommen.*

Weitere Veröffentlichungen

- [7] EN ISO 9001, *Qualitätsmanagementsysteme — Anforderungen (ISO 9001:2000).*
- [8] CR 13387, *Child use and care articles — General and common safety guidelines.*
- [9] G. Blosczyk und H.-J. Doemling, *Lebensmittelchemie und gerichtliche Chemie*, **36**, 90 (1982).
- [10] G. Blosczyk, *Deutsche Lebensmittel-Rundschau*, **88**, 392, 1992.
- [11] prCEN/TS 13130-13:2003, *Werkstoffe und Gegenstände in Kontakt mit Lebensmitteln — Substanzen in Kunststoffen, die Beschränkungen unterliegen — Teil 13: Bestimmung von 2,2-Bis(4-Hydroxyphenyl)propan (Bisphenol A) in Prüflebensmitteln.*
- [12] ISO 3534-1, *Statistics — Vocabulary and symbols — Part 1: Probability and general statistical terms.*
- [13] EN 1400-1, *Artikel für Säuglinge und Kleinkinder — Schnuller für Säuglinge und Kleinkinder — Teil 1: Allgemeine sicherheitstechnische Anforderungen und Produktinformation.*
- [14] EN 1400-2, *Artikel für Säuglinge und Kleinkinder — Schnuller für Säuglinge und Kleinkinder — Teil 2: Mechanische Anforderungen und Prüfungen.*
- [15] EN 1400-3, *Artikel für Säuglinge und Kleinkinder — Schnuller für Säuglinge und Kleinkinder — Teil 3: Chemische Anforderungen und Prüfungen.*