

DIN 3762



ICS 65.040.10

**Stallbodenbeläge –
Bestimmung der Migration polyzyklischer aromatischer
Kohlenwasserstoffe (PAK)**

Rubber flooring –
Determination of the migration of polycyclic aromatic hydrocarbons (PAHs)

Sols d'étable –
Détermination de la migration des hydrocarbures aromatiques polycycliques (HAP)

Gesamtumfang 21 Seiten

DIN-Normenausschuss Elastomer-Technik (NET)

Inhalt

	Seite
Vorwort	4
Einleitung	5
1 Anwendungsbereich	6
2 Normative Verweisungen	6
3 Begriffe	6
4 Kurzbeschreibung	7
5 Reagenzien	7
6 Prüfeinrichtung	9
7 Prüfkörper	9
7.1 Maße	9
7.2 Vorbereitung der Prüfkörper	9
8 Durchführung	9
8.1 Gehaltsbestimmung von PAK in Gummimatten (optional)	9
8.2 Migrationsansatz	9
8.2.1 Allgemeines	9
8.2.2 Untersuchungsparameter	9
8.3 Messung mittels GC-MS	11
8.3.1 Allgemeines	11
8.3.2 GC-Bedingungen	11
8.3.3 MS-Aufnahme-Parameter	12
8.3.4 Ermittelte Fragmente und Retentionszeiten	12
9 Berechnung und Angabe der Ergebnisse	13
10 Präzision	16
10.1 Allgemeines	16
10.2 Wiederholpräzision	16
10.3 Vergleichpräzision	16
10.4 Nachweis- und Bestimmungsgrenze	16
11 Prüfbericht	16
Anhang A (informativ) Gehaltsbestimmung von PAK	17
A.1 Probenvorbereitung	17
A.2 Messung und Berechnung der Ergebnisse	17
A.3 Hinweise	17
Anhang B (informativ) Daten zur Leistungsfähigkeit des Verfahrens	18
B.1 Selektivität	18
B.2 Arbeitsbereich der Verfahren und Linearität	18
B.3 Nachweisgrenze	18
B.4 Vergleichpräzision	19
B.5 Wiederfindungen	20
B.6 Robustheit	20
B.7 Messunsicherheit	20
Literaturhinweise	21

Bilder

Bild 1 — Auswertung am Beispiel von Benzo[a]pyren	15
---	----

Tabellen

Tabelle 1 — Beispiel verwendeter externer Standardsubstanzen	7
Tabelle 2 — Beispiel verwendeter interner Standardsubstanzen	8
Tabelle 3 — GC-Temperaturprogramm	12
Tabelle 4 — Aufnahmeparameter für SIM-Modus (Beispiel)	12
Tabelle 5 — PAK-Tabelle mit ermittelten Fragmenten und Retentionszeiten (Beispiel)	12
Tabelle 6 — PAK-Tabelle mit ermittelten Fragmenten und Retentionszeiten (Beispiel)	15
Tabelle B.1 — Beispiel für kleinsten sichtbaren Standard im Routinemessbetrieb (zur Ableitung von LOD und LOQ)	19
Tabelle B.2 — Beispielhafte Vergleichpräzision bei der Wiederholungsmessung einer Messlösung ($n = 8$)	19
Tabelle B.3 — Beispielhafte Daten zur Messunsicherheit	20

Vorwort

Dieses Dokument wurde vom Arbeitsausschuss NA 045-02-15 AA „Elastomer-Matten“ im DIN-Normenausschuss Elastomer-Technik (NET) erarbeitet.

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Elemente dieses Dokuments Patentrechte berühren können. DIN ist nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren.

Aktuelle Informationen zu diesem Dokument können über die Internetseiten von DIN (www.din.de) durch eine Suche nach der Dokumentennummer aufgerufen werden.

Einleitung

Die Einhaltung eines Migrations-Richtwerts von Polyzyklischen Aromatischen Kohlenwasserstoffen (PAK) bei der Herstellung von Gummi-Stallmatten ist die Basis für die Produktion qualitätsgesicherter Stallmatten. Stallmatten, welche entsprechende Richtwerte für die Migration von PAK einhalten, stehen für eine sichere Anwendung, bei der es zu keinem bedenklichen Übergang von PAK in das Nutztier kommt. Die Anwendung von Migrationstests ist sinnvoll, um eine realitätsnahe Abschätzung des Übergangs von aus Gummimaterialien stammenden PAK zu ermöglichen.

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument legt ein Prüfverfahren zur Bestimmung der Migration von polyzyklischen aromatischen Kohlenwasserstoffen (PAK) aus Gummi-Stallmatten durch Aufstreuen des Reagenz Tenax®¹ auf die Oberfläche der Stallmatte fest.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden Dokumente werden im Text in solcher Weise in Bezug genommen, dass einige Teile davon oder ihr gesamter Inhalt Anforderungen des vorliegenden Dokuments darstellen. 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).

DIN EN 1186-2:2002-07, *Werkstoffe und Gegenstände in Kontakt mit Lebensmitteln — Kunststoffe — Teil 2: Prüfverfahren für die Gesamtmigration in Olivenöl durch völliges Eintauchen; Deutsche Fassung EN 1186-2:2002*

DIN EN 1186-13:2002-12, *Werkstoffe und Gegenstände in Kontakt mit Lebensmitteln — Kunststoffe — Teil 13: Prüfverfahren für die Gesamtmigration bei hohen Temperaturen; Deutsche Fassung EN 1186-13:2002*

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die folgenden Begriffe.

DIN und DKE stellen terminologische Datenbanken für die Verwendung in der Normung unter den folgenden Adressen bereit:

- DIN-TERMinologieportal: verfügbar unter <https://www.din.de/go/din-term>
- DKE-IEV: verfügbar unter <http://www.dke.de/DKE-IEV>

3.1

15+1 SCF PAK, en: 15+1 SCF PAH

Gruppe von 15 PAK (in Lebensmitteln vorkommend), die der Wissenschaftliche Lebensmittelausschuss (SCF) der EU 2002 als genotoxisch und (mit der Ausnahme von Benzo[ghi]perylen) kanzerogen im Tierversuch bewertet hat

Anmerkung 1 zum Begriff: Sie umfasst Benzo[a]anthracen (BaA), Cyclopenta[c,d]pyren (CPP), Chrysen (CHR), 5-Methylchrysen (5MC), Benzo[B]fluoranthren (Bbf), Benzo[J]fluoranthren (Bjf), Benzo[K]fluoranthren (Bkf), Benzo[A]Pyren (Bap), Benzo[G,H,I]Perylen (Bgp), Dibenzo[A,H]Anthracen (Dha), Indeno[1,2,3-Cd]Pyren (Icp), Dibenzo[A,E]Pyren (Dep), Dibenzo[A,H]Pyren (Dhp), Dibenzo[A,I]Pyren (Dip) und Dibenzo[a,l]pyren (DIP). Entsprechend der Empfehlung eines Gutachtens des Joint FAO/WHO Expert Committee on Food Additives (JECFA) (2005) wird zusätzlich Benzo[c]fluoren (BcL) berücksichtigt.

[QUELLE: JECFA (2005) Sixty-fourth meeting of the joint FAO/WHO Expert Committee on Food Additives (JECFA), Rome, 8-17, February 2005, Summary and Conclusions, Table 1. Online verfügbar unter <https://www.fao.org/3/at877e/at877e.pdf>]

1 Tenax® ist ein Beispiel für ein geeignetes handelsübliches Produkt. Diese Angabe dient nur zur Unterrichtung der Anwender dieser Nationalen Norm und bedeutet keine Anerkennung dieses genannten Produktes durch DIN.

3.2

REACH-PAK, en: REACH PAH
Gruppe von 8 PAK

Anmerkung 1 zum Begriff: Sie umfasst Benzo[e]pyren (BeP), Benzo[j]fluoranthren (BjF), Benzo[b]fluoranthren (BbF), Benzo[a]anthracen (BaA), Chrysen (CHR), Benzo[a]pyren (BaP), Dibenzo[a,h]anthracen (DahA) und Benzo[k]fluoranthren (BkF).

[QUELLE: ECHA (2007 ff.) Liste der Beschränkungen, Annex XVII zu REACH. Online verfügbar unter <https://echa.europa.eu/de/information-on-chemicals>]

4 Kurzbeschreibung

Die Migration von Polyzyklischen Aromatischen Kohlenwasserstoffen (PAK) aus Gummi-Stallmatten wird bestimmt als Massenzunahme je bestimmungsgemäß mit dem Reagenz in Berührung kommender Flächeneinheit. Als Simulanz wird modifiziertes Polyphenylenoxid (MPPO, Tenax®¹) verwendet. Die Bestimmung der PAK erfolgt mittels Gaschromatographie-Massenspektrometrie (GC/MS). Die Anwendung des Migrationstests ermöglicht eine realitätsnahe Abschätzung der Freisetzung von aus Gummi-Stallmatten stammenden PAK.

5 Reagenzien

5.1 Modifiziertes Polyphenylenoxid (MPPO, Tenax®¹).

5.2 Cyclohexan p.A. (PAK-Blindwertfreie Qualität).

5.3 PAK-Kalibrierstandards

Für die Herstellung der PAK-Kalibrierstandards können kommerziell erhältliche Standardlösungen verwendet werden. Verwendet werden kann z. B. die Kombination der Standardlösung EU 15+1 PAH Standard (Catalogue No. 32470)² und NIST SRM 2260a³, die auch eine Reihe weiterer PAK enthält. Alternative Kalibrierstandards sind zulässig. Es dürfen auch zusätzliche Standardsubstanzen verwendet werden. Siehe Tabelle 1 für verwendete externe Standardsubstanzen.

Tabelle 1 — Beispiel verwendeter externer Standardsubstanzen

Substanz	Konzentration (Beispiel) ng/ml
Benzo[c]fluoren	999,00
Cyclopenta[cd]pyren	1 169,40
Benz[a]anthracen	1 381,90
Chrysen	1 400,00
5-Methylchrysen	1 000,00

-
- 2 Es hat sich die Standardlösung EU 15+1 PAH Standard bewährt. EU 15+1 PAH Standard ist die Herstellerbezeichnung des Produkts, geliefert von Restek. Diese Angabe dient nur zur Unterrichtung der Anwender dieser Nationalen Norm und bedeutet keine Anerkennung des genannten Produkts durch DIN. Gleichwertige Produkte dürfen verwendet werden, wenn sie nachweisbar zu identischen Ergebnissen führen.
- 3 Es hat sich die Standardlösung NIST SRM 2260a bewährt. NIST SRM 2260a ist die Herstellerbezeichnung des Produkts, geliefert von NIST. Diese Angabe dient nur zur Unterrichtung der Anwender dieser Nationalen Norm und bedeutet keine Anerkennung des genannten Produkts durch DIN. Gleichwertige Produkte dürfen verwendet werden, wenn sie nachweisbar zu identischen Ergebnissen führen.