



Lovtidende A

2016

Udgivet den 7. januar 2016

5. januar 2016.

Nr. 5.

Bekendtgørelse om narre- og flaskesutter¹⁾

I medfør af § 22, stk. 4, § 30, § 38 f, stk. 1, § 43, stk. 1, § 45, stk. 1, § 47 og § 59, stk. 4, i lov om kemikalier, jf. lov-bekendtgørelse nr. 849 af 24. juni 2014, fastsættes efter be-myndigelse:

Fremstilling, import og salg

§ 1. Salg af narre- og flaskesutter fremstillet af elastomer eller gummi er tilladt, såfremt der ikke kan påvises en afgivelse af N-nitrosaminer over 10µg/kg gummi eller elastomer eller en afgivelse af nitroserbare stoffer over 100µg/kg gummi eller elastomer ved anvendelse af den i stk. 2 angivne metode.

Stk. 2. Påvisning af en eventuel afgivelse af de i stk. 1 nævnte stoffer skal foretages efter den metode, der er beskrevet i bilaget til bekendtgørelsen. Miljøstyrelsen kan bestemme, at påvisning kan eller skal foretages efter en anden metode med samme princip og tilsvarende eller større følsomhed.

§ 2. Enhver producent eller importør af narre- og flaskesutter skal forud for salg fremskaffe skriftlig dokumentation for, at de narre- og flaskesutter, der produceres eller importeres, overholder kravet i § 1, stk. 1.

Mærkning

§ 3. Enhver producent, importør eller forhandler skal på den emballage, hvori narre- og flaskesutter sælges, med let læselige, synlige og uforgængelige typer anføre:

- 1) navn/firmanavn og adresse eller registreret varemærke,
- 2) partiets fabriksnummer eller tilsvarende referencangivelse og
- 3) narre- eller flaskesuttens salgsnavn.

Tilsyn og kontrol

§ 4. Tilsyn og kontrol med overholdelsen af bestemmelserne i denne bekendtgørelse udøves af Miljøstyrelsen, jf. lovens regler herom.

§ 5. Enhver producent, importør eller forhandler af narre- og flaskesutter skal efter anmodning fra Miljøstyrelsen afgive de oplysninger om produktet, som er af betydning for myndighedernes administration af loven. Enhver producent eller importør skal herunder fremvise skriftlig dokumentation, jfr. § 2.

Klage og dispensation

§ 6. Miljøstyrelsens afgørelser efter § 4 kan ikke påklages til anden administrativ myndighed.

§ 7. Miljøstyrelsen kan i særlige tilfælde tillade, at reglerne i denne bekendtgørelse fraviges.

Stk. 2. Miljøstyrelsens afgørelser efter stk. 1 kan ikke påklages til anden administrativ myndighed.

Straf og ikrafttræden

§ 8. Overtrædelse af bekendtgørelsens § 1, stk. 1, § 2, § 3, og § 5 straffes med bøde.

Stk. 2. Straffen kan stige til fængsel i indtil 4 måneder, hvis overtrædelsen er begået forsætligt eller ved grov uagtsomhed, og hvis der ved overtrædelsen er opnået eller tilsigtet en økonomisk fordel, herunder ved besparelser, for den pågældende selv eller andre.

Stk. 3. Der kan pålægges selskaber m.v. (juridiske personer) strafansvar efter reglerne i straffelovens 5. kapitel.

§ 9. Bekendtgørelsen træder i kraft den 15. januar 2016.

¹⁾ Bekendtgørelsen indeholder bestemmelser, der gennemfører Kommissionens direktiv nr. 93/11/EØF af 15. marts 1993 om frigivelse af N-nitrosaminer og N-nitroserbare stoffer fra flaskesutter og narresutter af elastomere og gummi, EF-Tidende 1993, nr. L 93, side 37.

Stk. 2. Bekendtgørelse nr. 51 af 10. februar 1986 om nar-
re- og flaskesutter ophæves.

Miljøstyrelsen, den 5. januar 2016

MICHEL SCHILLING

/ Peter Østergård Have

Bilag 1**Bestemmelse af nitrosaminer i flaske- og narresutter**

Følgende metode er en oversættelse af:

»Isolierung und Bestimmung von N-Nitrosaminen und nitrosierbaren Stoffen aus Bedarfgegenständen nach deren Uebergang in Speicheltestlösung«. Bundesgesundheitsblatt 27 (5), 1984, 160-162.

Isolering og bestemmelse af N-nitrosaminer og nitroserbare stoffer i flaske- og narresutter efter afgivelse til spyt-testopløsning.

1. Formål og anvendelsesområde

Denne metode beskriver isolering og bestemmelse af de N-nitrosaminer og nitroserbare stoffer, der er afgivet fra flaske- og narresutter til en nitriholdig spyt-testopløsning.

2. Definition

2.1. Ved N-nitrosaminindholdet i testopløsninger fra flaske- og narresutter forstås det indhold af flygtige N-nitrosaminer, der bestemmes med den her beskrevne procedure. Dette angives i my-gram pr. kg gummi.

2.2. Ved nitroserbare stoffer forstås de stoffer i testopløsningerne, som efter nitrosering under definerede betingelser danner flygtige N-nitrosaminer. Indholdet af disse angives i my-gram pr. kg gummi efter subtraktion af de efter (2.1.) bestemte N-nitrosaminmængder.

3. Kortfattet beskrivelse af proceduren

Efter opvarmning af suttematerialet, der er skåret i strimler, i den nitriholdige spyt-testopløsning ekstraheres de afgivne N-nitrosaminer i en del af spyt-testopløsningen med dichlormethan og bestemmes kvantitativt efter gaschromatografisk adskillelse.

De afgivne nitroserbare stoffer omdannes i den anden del af spyt-testopløsningen under definerede betingelser til N-nitrosaminer, ekstraheres og bestemmes kvantitativt efter gaschromatografisk adskillelse.

4. Kemikalier

Såfremt der ikke er angivet andet, skal der anvendes analyserene kemikalier. Vandet skal enten være destilleret eller have en tilsvarende renhed.

4.1. Nitriholdig spyt-testopløsning.

4,2 g natriumhydrogencarbonat, 0,5 g natriumchlorid, 0,2 g kaliumcarbonat og 30,0 mg natriumnitrit vejes i en 1000 ml målekolbe, som herefter fyldes med vand indtil mærket. Opløsningen har pH-værdi 9.

4.2. Dichlormethan, nitrosaminfri.

4.3. Extrelut, firma Merck, Darmstadt.

4.4. Standardopløsning af N-nitroso-diisopropylamin (NDiPA) i ethanol, ca. 200 ng/ml.

Vigtigt: N-nitrosaminer kan have carcinogene egenskaber, og der skal derfor træffes forsigtigheds- og beskyttelsesforanstaltninger ved anvendelse af disse!

4.5. Standardopløsninger af flygtige N-nitrosaminer i n-hexan eller isooctan, ca. 100-300 ng/ml.

Vigtigt: Da N-nitrosaminer nedbrydes af UV-lys, bør man undgå lyspåvirkning af standardopløsningen og under tilberedning af prøven.

4.6. n-Hexan.

4.7. Saltsyre ($C = 1 \text{ mol/l}$) i vand.

4.8. Natriumhydroxid ($C = 1 \text{ mol/l}$) i vand.

4.9. Kvælstof, rensset.

4.10. Kogesten af glas.

4.11. Havsand, rensset med syre og glødet.

5. Apparatur

5.1. Tørreskab, indstillelig til 40 grader C (plus/minus 2 grader C).

5.2. Erlenmeyerkolber:

a) NS 29/32, 50 ml.

b) NS 14/23, 25 ml.

5.3. Rundbundede kolber: NS 29/32, 100 ml.

5.4. Glassøjler med teflonhaner:

a) Glassøjlen længde ca. 300 mm, indv. diam. ca. 26 mm.

b) Glassøjlen længde ca. 300 mm, indv. diam. ca. 15 mm.

5.5. Pipetter:

a) Fuldpipetter: 1 ml, 10 ml, 20 ml.

b) Pasteurpipetter ca. 2 ml.

5.6. Modificeret Kuderna-Danish-inddamper, bestående af en samlingsbeholder med inddelinger og svarer med svæve- eller ekspansionskugle.

5.7. Varmeapparat.

5.8. Hætteglas, 1-2 ml, lukkes med hætter og teflonbelagt septum.

5.9. Lukketang til (5.8.).

5.10. Målekolbe: 50 ml.

5.11. Gaschromatograf, se (6.6.).

5.12. UV-lampe ($\lambda = 366 \text{ nm}$).

5.13. Rotationsfordamper.

5.14. Thermal Energy Analyzer, Thermo Electron Corporation, Waltham/ USA.

5.15. Analysevægt, opløsning 0,01 g.

Vigtigt: Såfremt glasapparatet er vasket med sure rengøringsmidler, skal de inden analysen behandles med en ammoniakopløsning, skylles med destilleret vand og tørres.

6. Gennemførelse

6.1. Forberedelse af prøven.

Sutterne koges 5 minutter i vand, inden de skæres i stykker.

6.2. Migrationsbetingelser.

Der anbringes ca. 10,00 g suttemateriale, der er skåret i max. 3 cm lange og 1 cm brede strimler, i en 50 ml Erlenmeyerkolbe (5.2.a), og der tilsættes 40,0 ml testopløsning (4.1.). Efter kort omrysten anbringes den omhyggeligt lukkede kolbe i et varmeskab i 24 timer ved 40 grader C. Derefter dekanteres testopløsningen fra kolben over i en 50 ml målekolbe, og suttematerialet vaskes efter med 4,0 ml spyt-testopløsning (4.1.). Dette tilsættes testopløsningen, og der fyldes vand indtil mærket. Af denne opløsning anvendes til den videre undersøgelse i henhold til (6.4.) 10,0 ml pipetteret over i en 25 ml Erlenmeyerkolbe (5.2.b) (opløsning B). De resterende 40 ml (opløsning A) oparbejdes i henhold til (6.3.).

6.3. Isolering af N-nitrosaminer i spyt-testopløsningen.

Der påfyldes 25 g extrelut (4.3.) under let banken i en glassøjle (5.4.a), der er lukket forneden med glasfilter eller gulsuld. Foroven lukkes søjlen med et ca. 1 cm tykt lag havsand (4.11.).

Til opløsningen (6.2.) pipetteres der 1,0 ml NDiPA-standardopløsning og 1,0 ml natriumhydroxid (4.8.), hvorefter der omrystes, og denne opløsning hældes langsomt på den forberedte extrelut-søjle (se ovenfor). Prøven fordeler sig i løbet af 10 til 15 minutter som stationær fase på den porøse matrix. I den nederste del af søjlen skal der være ca. 50-70 mm tør zone. Herefter hældes 60-80 ml dichlormethan (4.2.) på søjlen, og i løbet af 15-25 minutter samles der 40 ml eluat i en samlingsbeholder (5.6.) eller rundkolbe (5.3.) (se nedenfor). Dryppehastigheden reguleres med teflonhanen.

Vigtigt: Under elueringen skrumper den tørre zone ind til 15-30 mm. Dette kan følges på de forskellige farver på prøvefugtigt og dichlormethanfugtigt extrelut. Det er vigtigt, at den tørre zones kapacitet ikke opbruges, da eluatet i så fald kan komme til at indeholde vand.

Efter tilsætning af 2 ml n-hexan (4.6.) og 2-3 små kogesten af glas til eluatet sættes en svaler (5.6.) på opsamlingsbeholderen (5.6.), og opløsningen inddampes i et vandbad på 60-80 grader C til et volumen på 4-6 ml. Herefter afkøles, svalerens sider skylles efter med ca. 2 ml dichlormethan og svaleren fjernes.

Inden den gaschromatografiske undersøgelse inddampes denne opløsning ved påblæsning af kvælstof til ca. 1 ml og overføres til et hætteglas, der lukkes med hætte og septum.

Vigtigt: Kvælstofstrømmen skal være sådan indstillet, at der på overfladen af det koncentrerede eluat opstår en fordybning på max. 4-5 mm. Under inddampningen afkøles eluatet tydeligt.

Der kan også anvendes en anden koncentreringsmetode. Det eluat, der er opsamlet i den rundbundede kolbe (5.3.) (se ovenfor) inddampes efter tilsætning af 2 ml n-hexan til et volumen på 5-10 ml i rotationsfordamperen ved ca. 35 grader C badtemperatur og et vakuum mellem 150 og 200 mm Hg. Med en Pasteur-pipette overføres dette koncentrat med efterskylning med 2-3 ml dichlormethan kvantitativt til en inddelt opsamlingsbeholder. Som beskrevet ovenfor inddampes opløsningen til ca. 1 ml ved påblæsning af kvælstof og overføres til et hætteglas.

Vigtigt: På grund af N-nitrosaminernes flygtighed må man under ingen omstændigheder inddampe længere end til de angivne mindstevolumina!

6.4. Isolering af nitroserbare forbindelser som N-nitrosaminer.

Den ifølge (6.2.) pipetterede opløsning B tilsættes under omrystning 1,0 ml saltsyre (4.7.) (opløsningens pH-værdi ligger herefter på ca. 1,4) og henstilles i 30 minutter ved 20 grader C. Derefter C. Derefter tilsættes 2,0 ml natriumhydroxid (4.8.) og 1,0 ml NDiPA-standard (4.4.). Denne opløsning hældes analogt med det under 6.3. beskrevne på en søjle fyldt med 8 g extrelut (5.4.b), ekstraheres med 25-35 ml dichlormethan og der opsamles 15 ml eluat. Eluatet koncentrerer - som angivet under 6.3. - til ca. 1 ml slutvolumen.

Vigtigt: Opløsning B skal være alkoholfri ved syretilsætningen, da alkohol påvirker nitroseringshastigheden.

6.5. Blindforsøg.

Dette gennemføres under anvendelse af alle kemikalier ifølge henholdsvis (6.2.), (6.3.) og (6.4.), men uden suttemateriale.

6.6. Gaschromatografisk undersøgelse.

Som eksempel anføres nedenstående betingelser, der har vist sig at være velegnede til bestemmelse af aliphatiske og heterocycliske N-nitrosaminer.

Detektor: Thermal Energy Analyzer.

Pyrolyseovnsens temperatur: 480 grader C.

Frysefældens temperatur: Ca. minus 150 grader C eller anvendelse af CTR Gas Stream Filter.

Gaschromatograf:

Injektortemperatur: 200 grader C.

Ovnens temperatur: ca. 175 grader C.

Kolonne: 2,5 til 3,0 m rustfri stål, udv. diam.

1/8" » pakket med

15 pct. Carbowax 20 M/TPA på Chromosorb

WHP 100/120 mesh eller med

10 pct. Carbowax 20 M/2 pct. KOH på

Chromosorb WHP 100/120 mesh, eller

4-5 m stål, udv. diam. 1/8" «, pakket

med

15 pct. SP 1220/1 pct. H₃PO₄ på

Chromosorb WAW 100/120 mesh.

Bæregas: Helium, 20 ml/min.

Kobling: Direkte mellem GC-kolonne og
pyrolyseovn.

Ved bestemmelse af alkylphenylnitrosaminer anbefales følgende
ændringer:

Injektortemperatur: 150 grader C.

Ovntemperatur: ca. 120 til 130 grader C.

Kolonne: 2 m glas, udv. diam. 1/4«», indv.
diam.

2 mm, pakket med 10 pct. OV-101 på

Chromosorb WHP 80/100 mesh eller

3 pct. OV-225 på Chromosorb WHP 80/100
mesh.

7. Beregning

7.1. N-nitrosaminindhold i opløsning A.

Mængdebestemmelsen (ifølge ligning 1 og 2) skal foretages for hver påvist N-nitrosamin. Den samlede mængde er summen af de enkelte mængdebestemmelser.

Ligning 1:

Fl. NA

$M \text{ (ppb)} = 5/4 \times Fx$ -----

Fl. NDiPA

M = mængden af en N-nitrosamin, der er afgivet fra suttematerialet til spyt-testopløsningen, i ppb = my-gram/kg, korrigeret for genfindelsen af NDiPA.

5/4 = korrektionsfaktor, da opløsning As rumfang er 40 ml.

F = faktor, der skal beregnes efter ligning 2.

Fl. NA = tophøjde/areal af den N-nitrosamin, der er afgivet fra prøven til spyt-testopløsningen.

Fl. NDiPA = tophøjde/areal af den NDiPA, som er tilsat opløsning A.

Ligning 2:

$V \times C \times \text{Fl. St. NDiPA} \times V. \text{St. NA}$

F = -----

G x Fl. St. NA x V. St. NDiPA

V = rumfang af den tilsatte NDiPA-standardopløsning; 1,0 ml ifølge henholdsvis (6.3.) og 6.4.).

C = standardopløsningens koncentration af N-nitrosamin (4.5.) i ng/ ml.

G = Sutmaterialeindvejning i g (6.2.).

Fl. St. NDiPA = tophøjde/areal af NDiPA-standard (4.4.).

Fl. St. NA = tophøjde/areal af N-nitrosamin i standardopløsningen (4.5.).

V. St. NA = injiceret rumfang af N-nitrosaminstandard (4.5.) i my-liter. V. St. NDiPA = injiceret rumfang af NDiPA-standard (4.4.) i my-liter.

7.2. Indhold af nitroserbare stoffer i opløsning B, beregnet som flygtige nitrosaminer.

Beregningen foretages efter ligning 3 og ligning 2 for hver enkelt påvist N-nitrosamin.

Fra de fundne værdier af de enkelte N-nitrosaminer skal subtraheres de mængder, der er fundet i opløsning A. Den samlede mængde er summen af de således fremkomne enkelte mængdebestemmelser.

Ligning 3:

Fl. NA

M (ppb) = 5 x F x ----- (se 7.1.).

Fl. NDiPA

5 = korrektionsfaktor, da opløsning Bs rumfang er 10 ml.

Fl. NDiPA = tophøjde/areal af den NDiPA, der er tilsat opløsning B.

8. Verifikation af de fundne N-nitrosaminer

Såfremt det N-nitrosaminindhold, der er bestemt i spyt-testopløsningerne, er højere end de i bekendtgørelsen anførte grænseværdier, skal de påviste N-nitrosaminer og deres mængder bekræftes ved hjælp af en af nedenstående metoder:

- Ved anvendelse af mindst en anden kolonne med en stationær fase med anden polaritet. Desuden må der ikke kunne påvises nogen N-nitrosamin efter indsmeltning i et smeltepunktsrør og efter UV-bestråling (3 timer, λ 366 = nm) ved gentagen gaschromatografisk undersøgelse.
- Ved massespektrometrisk undersøgelse.