



Prüfbericht

2. Ausfertigung

Aktenzeichen: I.2/2008-AA-266

Antragsteller: Firma BestWater International GmbH
Ansprechpartner: Herr Erdmann

Antragsdatum: 04.11.2008

Geschäftszeichen:

Eingangsdatum: 04.11.2008

Probenmaterial: Eine Trinkflasche der Firma STC Plastiks
(aus Polycarbonat, PC)

Eingangsdatum: 17.11.2008

Kennzeichnung:

Bemerkungen: Zustellung des Probenmaterials auf dem Postweg

Inhalt des Prüfantrages:

Untersuchung der Trinkflasche auf Bisphenol A (BPA)

Eine Trinkflasche der Firma STC Plastiks (Made in USA), bestehend aus Polycarbonat soll auf den migrierbaren Anteil an Bisphenol A untersucht werden.

Durchführung der Prüfung

Datum der Prüfung: Januar 2009

In Anlehnung an die Europäische Norm EN 14372:2004 (E) „Child use and care articles – Cutlery and feeding utensils – Safety requirements and tests“ zur Bestimmung von Bisphenol A in Nahrungsmittelbehältnissen wurde die Trinkflasche zur Hälfte mit doppeltionisiertem Wasser befüllt und bei 40°C in einem Trockenschrank gelagert. Es wurden nach 24 bzw. 48 Stunden und 8 Tagen Aliquote abgenommen, die mittels Flüssigchromatographie (HPLC) in Kopplung mit einem Fluoreszenz- bzw. UV-Detektor (FLD bzw. DAD) auf Bisphenol A untersucht wurden.

Der Prüfbericht umfasst 5 Seiten. Es wird gebeten, bei Schriftwechsel in jedem Falle das BAM-Aktenzeichen anzugeben. Prüfberichte dürfen nur in vollem Wortlaut und ohne Zusätze veröffentlicht werden. Für veränderte Wiedergabe und Auszüge ist vorher die widerrufliche schriftliche Einwilligung der BAM einzuholen. Die Prüfergebnisse beziehen sich ausschließlich auf die untersuchten Prüfmaterialien

PRÜFBERICHT



Probenmaterial

Trinkflasche der Firma STC Plastiks (Made in USA)

Analysenparameter und Ergebnisse

(1) Migration:

Die zu untersuchende Trinkflasche wurde mit 1,3 l doppelentionisiertem Wasser gefüllt und in einem Labortrockenschrank bei 40°C gelagert. Nach 24h, 48h und 8 Tagen wurde jeweils 1 ml als Aliquot abgenommen und mit Hilfe der folgenden flüssigchromatographischen Analysenmethode (HPLC-FLD/DAD) auf Bisphenol A untersucht. Parallel dazu wurde reines doppelentionisiertes Wasser analysiert, um Blindwerte oder Hintergrundbelastungen auszuschließen.

(2) Flüssigchromatographische Analyse (HPLC-FLD/DAD)

Chromatographische Parameter

Tabelle 1.: HPLC-Parameter

| HPLC | Firma DIONEX | |
|---|---|----------|
| Trennsäule | Ultrasep ES 125 mm x 3 mm, 4 µm (SEPSERV) | |
| Vorsäule | Ultrasep ES 10 mm x 3 mm, 4 µm (SEPSERV) | |
| Isokratische Bedingungen | % Methanol | % Wasser |
| Analysenzeit von 15 min* | 55 | 45 |
| * Vorlaufzeit vor jeden Analysenlauf mit den Anfangsbedingungen für 2 min | | |
| Flussrate | 0,4 ml/min | |
| Säulentemperatur | 25 °C | |
| Injektionsvolumen | 100 µl | |

Detektion (FLD und DAD)

Zur Detektion von Bisphenol A mittels Fluoreszenzdetektion wurde die Wellenlängenschaltung aus der Europäischen Norm EN14372 übernommen. Für die DAD - Detektion erfolgte die Bestimmung bei 230 nm (UV_VIS_1). Diese Wellenlänge wurde nach Aufnahme eines Spektrums ausgewählt und stellt das Maxima der Absorption dar.

Tabelle 2.: FLD- und DAD-Parameter

| Ex in nm | Em in nm | DAD | UV_VIS_1 |
|----------|----------|--------------|----------|
| 270 | 333 | | 230 nm |
| | | Bandbreite : | 6 nm |

Spektrenaufnahme

Zur Absicherung der Richtigkeit der Identifizierung des Analyten erfolgte die Aufnahme von Spektren mittels DAD–Detektion während der Messungen. Diese wurden mit Referenzspektren von Standardlösungen verglichen. Somit konnte der Analyt eindeutig nachgewiesen werden.

Chromatographische Kennzahlen

Für eine Standardlösung von Bisphenol A mit einer Konzentration von $\beta(\text{BPA}) = 89,3$ ng/g sind nachfolgend bei den oben aufgeführten analytischen Parametern erzielte chromatographischen Resultate dargestellt:

Tabelle 3.: Kennzahlen von BPA bei FLD- und DAD-Detektion

| Retentionszeit | Höhe | Fläche | Peakbreite | Resolution | Asymmetry |
|----------------|-------|---------|------------|------------|-----------|
| min | mAU | mAU*min | (1/2) min | (EP) | (EP) |
| FLD | | | | | |
| 9,45 | 2,038 | 1,095 | 0,50 | n.a. | 1,25 |
| UV_VIS_1 | | | | | |
| 9,254 | 2,113 | 1,029 | 0,46 | n.a. | 1,21 |

Nachweis- und Bestimmungsgrenzen

Die Ermittlung der Nachweis- und Bestimmungsgrenzen erfolgte nach DIN 32465 nach der sogenannten Kalibriergeradenmethode. Diese wurde mit einer einfachen Messung von 7 (FLD) bzw. 6 (DAD) Konzentrationen in dem abgeschätzten Konzentrationsniveau bei einer Ergebnisunsicherheit von 33,33 % und einer Irrtumswahrscheinlichkeit von 5 % durchgeführt.

Tabelle 4.: Ermittelte Nachweis- und Bestimmungsgrenzen

| | HPLC - Messlösung | |
|-------------------|-------------------|----------|
| | FLD | DAD |
| Nachweisgrenze | 1,7 ng/g | 2,0 ng/g |
| Bestimmungsgrenze | 6,0 ng/g | 6,7 ng/g |

(3) Analysenergebnisse:

Die flüssigchromatographisch untersuchten Aliquote (Abbildung 1 und 2) des Migrationsversuches zeigen, dass kein migrierbares Bisphenol A in der Trinkflasche analytisch erfasst werden kann.

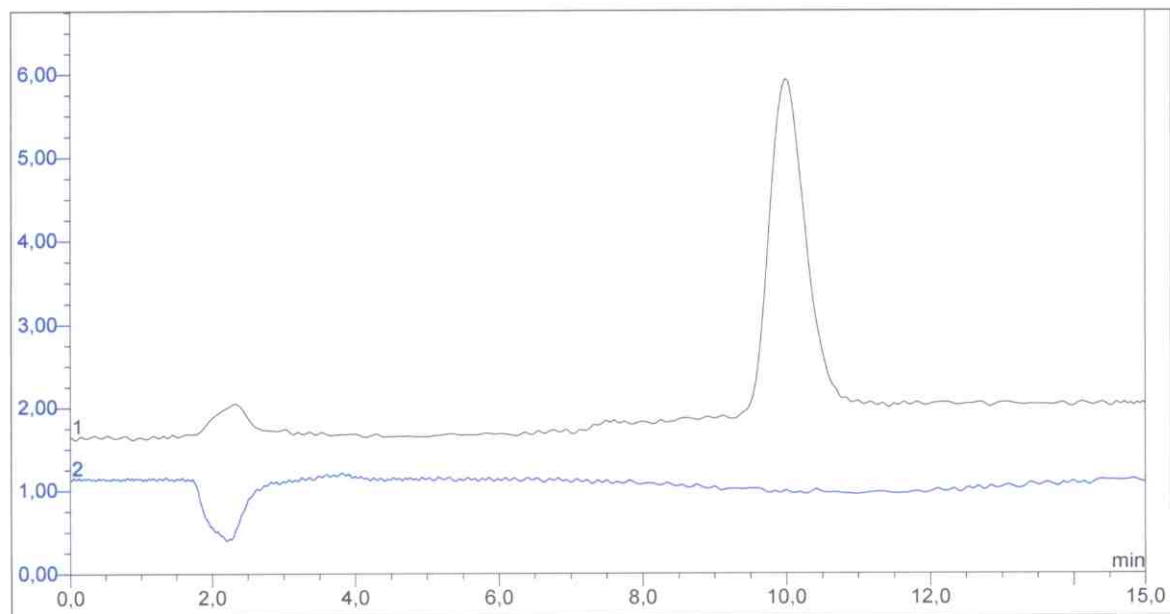


Abbildung 1 Chromatogramme der HPLC-Messung einer BPA-Referenzlösung (schwarz) und einem Blindwert (blau)

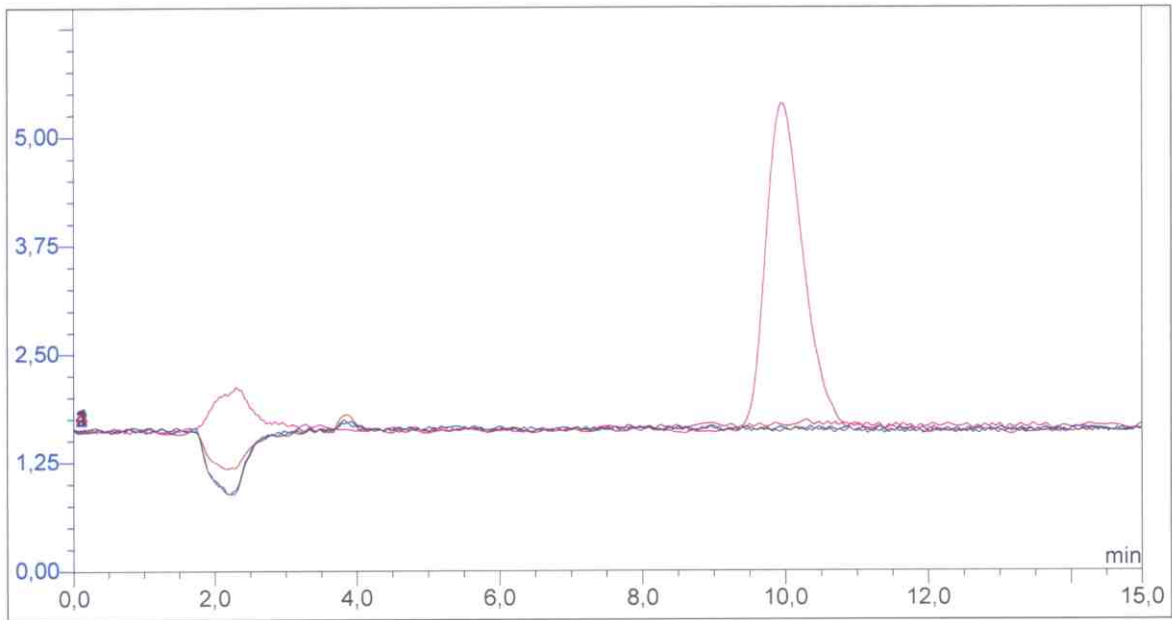


Abbildung 2 Chromatogramme der HPLC-Messung der Aliquote aus dem Migrationsversuch
(pink: BPA-Referenzlösung; braun, grün und blau: Migrate bei 24h, 48h und 8 Tagen)

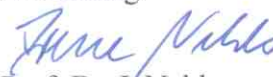
Fazit

Mit dem durchgeführten Analysenverfahren konnte kein migrierbares Bisphenol A in der zu untersuchenden Trinkflasche bestimmt werden.


Dieses Analyseergebnis gilt nur für die als Probenmaterial übergebene und untersuchte Trinkflasche und erlaubt keinen Rückschluss auf andere Flaschen bzw. andere Chargen des Herstellers.

Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung (BAM)
Richard-Willstätter-Straße 11
12489 Berlin, den 02.02.2009

Fachgruppe I.20
Organisch-chemische Analytik
Referenzmaterialien
im Auftrag


Prof. Dr. I. Nehls
Fachgruppenleiterin

Leiter AG
Organische Spurenanalytik
im Auftrag


Dr. Tin Win

Verteiler: 1. Ausfertigung: BAM-I.22
2. Ausfertigung: Antragsteller