31980L0766

L 213/42 *EUROPOS BENDRIJŲ OFICIALUSIS LEIDINYS* 1980 8 16

# KOMISIJOS DIREKTYVA

## 1980 m. liepos 8 d.

## nustatanti Bendrijos analizės metodą, naudojamą oficialiai vinilchlorido monomero kiekio medžiagose ir gaminiuose, galinčiuose liestis su maisto produktais, kontrolei

(80/766/EEB)

EUROPOS BENDRIJŲ KOMISIJA,

atsižvelgdama į Europos ekonominės bendrijos steigimo sutartį,

atsižvelgdama į 1978 m. sausio 30 d. Tarybos direktyvą 78/142/EEB dėl valstybių narių įstatymų, susijusių su medžiagomis ir gaminiais, kurių sudėtyje yra vinilo chlorido monomero ir kurie gali liestis su maisto produktais, suderinimo [1], ypač į jos 3 straipsnį,

kadangi Direktyvos 78/142/EEB 2 straipsnis nustato, kad tokiose medžiagose ir gaminiuose vinilchlorido monomero kiekis turi neviršyti 1 mg/kg gatavame produkte, o 3 straipsnis numato, kad ši riba turi būti kontroliuojama Bendrijos analizės metodu;

kadangi, remiantis tarplaboratoriniais bendrais bandymais, priede aprašytasis metodas pasirodė esąs pakankamai tikslus ir atkuriamas, todėl jį galima patvirtinti kaip Bendrijos metodą;

kadangi šioje direktyvoje numatytos priemonės atitinka Maisto produktų nuolatinio komiteto nuomonę,

PRIĖMĖ ŠIĄ DIREKTYVĄ:

*1 straipsnis*

Valstybės narės reikalauja, kad vinilchlorido monomero kiekio medžiagose ir gaminiuose, galinčiuose liestis su maisto produktais, priede – „medžiagos ir gaminiai“, tyrimas, reikalingas oficialiai kontrolei vykdyti, būtų atliekamas pagal priede aprašytą metodą.

*2 straipsnis*

Valstybės narės priima įstatymus ir kitus teisės aktus, kurie, įsigalioję ne vėliau kaip 18 mėnesių po jos paskelbimo, įgyvendina šią direktyvą. Apie tai jos nedelsdamos praneša Komisijai.

*3 straipsnis*

Ši direktyva skirta valstybėms narėms.

Priimta Briuselyje, 1980 m. liepos 8 d.

*Komisijos vardu*

Etienne DAVIGNON

*Komisijos narė*

[1] OL L 44, 1978 2 15, p. 15.

*PRIEDAS*

## VINILCHLORIDO MONOMERŲ KIEKIO MEDŽIAGOSE IR GAMINIUOSE NUSTATYMAS

1. TAIKYMO SRITIS IR TIKSLAS

Šiuo metodu nustatoma vinilchlorido monomero kiekis medžiagose ir gaminiuose.

2. METODO ESMĖ

Vinilchlorido monomero (VC) kiekis medžiagose ir gaminiuose nustatoma dujų chromatografijos būdu, naudojant „viršerdvės“ metodą ištirpinus mėginį arba jį suspendavus N, N-dimetilacetamide.

3. REAGENTAI

3.1. Vinilchloridas (VC), kurio grynumas ne mažesnis kaip 99,5 % (v/v).

3.2. Grynas N, N-dimetilacetamidas (DMA), neturintis priemaišų, turintis tokį patį sulaikymo laiką kaip ir VC arba kaip vidinis standartas (3.3 punktas), esant tokioms pat tyrimo sąlygoms.

3.3. Dietileterio arba cis-2-buteno tirpalas DMA (3.2 punktas), kaip vidinio standarto tirpalas. Šie vidiniai standartai neturi turėti jokių priemaišų ir turėti tokį patį sulaikymo laiką kaip ir VC, esant tokioms pat tyrimo sąlygoms.

4. APARATŪRA

*NB:*

Prietaisai arba jų dalys minimi tik tuo atveju, kai jie yra specialūs arba pagaminti pagal specialius užsakymus. Įprasti laboratorijos prietaisai laikomi visiems prieinamais.

4.1. Dujų chromatografas, turintis automatinį mėginio iš „viršerdvės“ paėmimo įtaisą arba rankinį mėginio įpurškimo įrenginį.

4.2. Liepsnos jonizavimo detektorius arba kitokie detektoriai, paminėti 7 punkte.

4.3. Dujų chromatografinė kolonėlė.

Kolonėlėje turi atsiskirti oro, VC ir vidinio standarto, jeigu toks naudojamas, smailės.

Be to, sujungtoje pagal 4.2 ir 4.3 punktus sistemoje 0,02 mg VC/l DMA arba 0,02 mg VC/kg DMA tirpalui gautas signalas turi būti ne mažiau kaip 5 kartus stipresnis už foninį triukšmą.

4.4. Indai mėginiui su silikono ar butilo gumos pertvara.

Naudojant rankinę mėginių ėmimo įrangą, švirkštu imant mėginį iš „viršerdvės“, inde gali susidaryti dalinis vakuumas. Todėl, naudojant tokią įrangą, kai prieš paimant mėginį nepadidinamas slėgis, patartina naudoti didelius indus.

4.5. Mikrošvirkštai.

4.6. Hermetiški švirkštai mėginių ėmimui iš „viršerdvės“ rankomis.

4.7. Analizinės 0,l mg tikslumo svarstyklės.

5. DARBO EIGA

ĮSPĖJIMAS: Kambario temperatūroje VC yra pavojinga laki medžiaga, todėl tirpalai turi būti ruošiami gerai ventiliuojamoje traukos spintoje.

*NB:*

— imkitės visų reikalingų saugumo priemonių, kad nei VC, nei DMA nepatektų į aplinką,

— mėginius imant rankomis, turi būti naudojamas vidinis standartas (3.3 punktas),

— naudojant vidinį standartą, tas pats tirpalas turi būti naudojamas viso tyrimo metu.

5.1. **Etaloninio VC tirpalo, kurio koncentracija yra apytiksliai 2 000 mg/kg, paruošimas.**

0,1 mg tikslumu pasverkite tinkamą stiklinį indą ir į jį pilkite tam tikrą kiekį (pvz., 50ml) DMA (3.2 punktas). Pasverkite dar kartą. Lėtai įšvirkškite į DMA tam tikrą kiekį (pvz., 0,1g) skysto ar dujinio VC (3.1 punktas). VC taip pat gali būti įpurškiamas į DMA, jei naudojamas įtaisas, apsaugantis nuo DMA išlėkimo. Pasverkite dar kartą 0,1 mg tikslumu. Laukite 2 valandas, kol nusistovės pusiausvyra. Etaloninį tirpalą laikykite šaldytuve.

5.2. **Praskiesto etaloninio VC tirpalo paruošimas.**

Pasverkite koncentruoto etaloninio VC tirpalo (5.1 punktas) tam tikrą kiekį ir praskieskite DMA (3.2 punktas) arba vidinio standarto tirpalu (3.3 punktas) iki reikiamo tūrio arba masės. Gauto praskiesto etaloninio tirpalo koncentracija išreiškiama atitinkamai mg/l arba mg/kg.

5.3. **Kalibracinės kreivės paruošimas**

*NB:* — kreivė turi būti sudaryta pagal ne mažiau kaip septynias poras taškų,

— smailės plotų pakartojamumas ([1]) turi būti mažesnis nei 0,02 mg VC/l arba kg DMA,

— kreivė per šiuos taškus turi būti apskaičiuota mažiausių kvadratų metodu, t. y. regresijos tiesė turi būti skaičiuojama pagal šią lygtį:

$$y = a_1 x + a_0,$$

čia $$a_1 = \frac{n\sum xy - \left(\sum x\right)\cdot\left(\sum y\right)}{n\sum x^2 - \left(\sum x\right)^2};$$

ir $$a_0 = \frac{\left(\sum y\right)\cdot\left(\sum x^2\right) - \left(\sum x\right)\cdot\left(\sum xy\right)}{n\sum x^2 - \left(\sum x\right)^2},$$

čia:

y = smailės aukštis arba plotas kiekviename atskirame nustatyme,

x = atitinkama koncentracija regresijos tiesėje,

n = atliktų nustatymų skaičius ($n \geq 14$),

— tai turi būti tiesė, t. y. išmatuotų smailės plotų (aukščių) verčių ($y_i$) standartinio nuokrypio (s), nustatymo lyginant su atitinkamomis smailės plotų (aukščių) vertėmis, paskaičiuotomis iš regresijos kreivės ($z_i$), santykis su vidutine išmatuotų smailės plotų (aukščių) verte ($\bar{y}$), neturi viršyti 0,07.

Tai turi būti apskaičiuota pagal formulę: $\frac{s}{\bar{y}} \leq 0.07$,

čia $$s = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{n}(y_i - z_i)^2}{n-1}},$$

$$\bar{y} = \frac{1}{n}\sum_{i=1}^{n} y_i,$$

čia:

$y_i$ = kiekvienas atskirai išmatuotas smailės plotas (aukštis),

$Z_i$ = atitinkamo smailės ploto (aukščio) ($y_i$) gautoje regresijos tiesėje vertė,

$n \geq 14$.

([1]) Žr. ISO DIS 5725: 1977 m. rekomendaciją.

Paruoškite dvi ne mažiau nei septynių stiklinių indų eiles (4.4 punktas). Į kiekvieną indą įpilkite praskiesto etaloninio VC tirpalo (5.2 punktas) ir DMA (3.2 punktas) arba vidinio standarto tirpalo DMA (3.3 punktas) tiek, kad galutinė lygiagrečiai pagamintų tirpalų VC koncentracija būtų apytiksliai lygi 0, 0,050, 0,075, 0,100, 0,125, 0,150, 0,200 ir t. t. mg/l arba mg/kg DMA ir kad visuose induose būtų tas pats DMA kiekis, kuris reikalingas, remiantis 5.5 punktu. Uždarykite indus ir tęskite, kaip nurodyta 5.6 punkte. Nubraižykite grafiką, kurio ordinatėje atidėtos VC lygiagrečiai pagamintų tirpalų smailių plotų (arba aukščių) vertės, arba šių plotų (ar aukščių) santykis su atitinkamomis vidinio standarto vertėmis, o abscisių ašyje – lygiagrečiai pagamintų tirpalų VC koncentracijų vertės.

5.4. **Etaloninių tirpalų, gautų pagal 5.1 ir 5.2 punktus, paruošimo patikrinimas**

Pakartokite 5.1 ir 5.2 punktuose aprašytą procedūrą, kad gautumėte antrą praskiestą etaloninį tirpalą, kurio koncentracija lygi 0,1 mg VC/l arba 0,1 mg/kg DMA arba vidinio standarto tirpalo. Šio tirpalo dviejų nustatymų vidurkis negali skirtis daugiau nei 5 % nuo atitinkamo kalibracinės tiesės taško. Jeigu skirtumas didesnis kaip 5 %, atmeskite visus tirpalus, gautus pagal 5.1, 5.2, 5.3 ir 5.4 punktus, ir pakartokite visą procedūrą iš pradžių.

5.5. **Medžiagų ir gaminių mėginių paruošimas**

Paruoškite du indelius (4.4 punktas). Į kiekvieną indą pasverkite ne mažiau kaip 200 mg, 0,1 mg tikslumu, mėginio, gauto iš vienos tiriamosios medžiagos ar susmulkinto gaminio. Pasistenkite, kad į kiekvieną indą būtų įdėtas vienodas mėginio kiekis. Nedelsdami uždenkite stiklinį indą. Į kiekvieną indą vienam mėginio gramui įpilkite 10 ml arba 10 g DMA (punktas 3.2) arba 10 ml ar 10 g vidinio standarto tirpalo (punktas 3.3). Uždarykite indus ir tęskite, kaip aprašyta 5.6 punkte.

5.6. **Dujų chromatografinė analizė**

5.6.1. Stengdamiesi nesušlapinti pertvaros (punktas 4.4.) suplakite skystį induose, kad gautumėte kiek galima vienalytiškesnį medžiagos ar gaminio (punktas 5.5) mėginių tirpalą arba suspensiją.

5.6.2. Visus uždarytus indus (punktai 5.3, 5.4 ir 5.5) dviem valandoms įdėkite į 60 ± 1 °C vandens vonią, kad nusistovėtų pusiausvyra. Jeigu būtina, suplakite dar kartą.

5.6.3. Paimkite iš indo „viršerdvės“ mėginį. Naudojant mėginių ėmimo rankomis metodikas, turi būti užtikrinamas imamų mėginių atkuriamumas (punktas 4.4.). Švirkštai, prieš juos naudojant, turi būti pašildyti iki mėginio temperatūros. Išmatuokite VC ir vidinio standarto, jeigu toks naudojamas, smailės plotą (ar aukštį).

5.6.4. Kai tiktai DMA smailės atsiranda chromatogramoje, naudodami tinkamą metodą, pašalinkite iš kolonėlės (punktas 4.3) DMA perteklių,.

6. REZULTATŲ APSKAIČIAVIMAS

6.1. Interpoliacijos būdu kreivėje raskite nežinomą kiekvieno iš dviejų mėginio tirpalų koncentraciją, atsižvelgdami į vidinio standarto tirpalą, jeigu toks naudojamas. Apskaičiuokite VC kiekį kiekviename iš dviejų tiriamų medžiagų ar gaminių mėginių, naudodami tokią formulę:

$$X = \frac{C \times V}{M} 1000,$$

čia:

x = VC, esančio medžiagos ar gaminio mėginyje, koncentracija, išreikšta mg/kg,

C = koncentracija VC, gauto iš inde esančios medžiagos ar gaminio (žr. 5.5), išreikšta mg/l arba mg/kg,

V = koncentracija DMA, gauto iš inde esančios medžiagos ar gaminio (žr. 5.5), išreikšta litrais arba kilogramais,

m = medžiagos arba gaminio mėginio masė, išreikšta gramais.

6.2. Tiriamose medžiagose ar gaminiuose VC koncentracija, išreikšta mg/kg, yra dviejų VC koncentracijų, nustatytų 6.1 punkte, vidurkis, jei gaunamas 8 punkte nurodytas pakartojamumas.

7. VC KONCENTRACIJOS PATVIRTINIMAS

Jei VC, esančio medžiagose ir gaminiuose, kiekis, apskaičiuotas pagal 6.2 punktą, viršija didžiausią leistiną kiekį, rezultatai, gauti kiekvieno iš dviejų mėginių tyrimo metu (punktai 5.6 ir 6.1), privalo būti patvirtinti vienu iš šių trijų būdų:

— naudojant mažiausiai vieną kitokią kolonėlę (4.3 punktas), turinčią skirtingo poliškumo nejudrią fazę. Ši procedūra turi būti tęsiama tol, kol gautoje chromatogramoje nebepersidengs VC ir (arba) vidinio standarto smailės ir medžiagų ar gaminių mėginių sudedamųjų dalių smailės,

— naudojant kitus detektorius, pvz., mikroelektrolitinį laidumo detektorių ([1]),

— naudojant masių spektroskopiją. Jei molekulių jonai, kurių santykinė masė (m/e) yra 62 ir 64, randami santykiu 3:1, tai gali būti vertinama kaip didelė VC buvimo patvirtinimo tikimybė. Suabejojus, turi būti patikrintas bendras masių spektras.

8. PAKARTOJAMUMAS

Skirtumas tarp dviejų rezultatų (6.1 punktas), gautų tuo pačiu metu arba tuoj pat vienas po kito, naudojant tą patį mėginį, dirbant tam pačiam laborantui chemikui vienodomis sąlygomis, neturi viršyti 0,2 mg VC medžiagos ar gaminio kilogramui.

([1]) Žr. Chromatografinių mokslų žurnalą, t. 12, 1974 m. kovas, p. 152.