31980L0766

L 213/42 *ÚRADNÝ VESTNÍK EURÓPSKYCH SPOLOČENSTIEV* 16.8.1980

SMERNICA KOMISIE

z 8. júla 1980,

stanovujúca analytické metódy na oficiálnu kontrolu hladiny monoméru vinylchloridu v látkach a výrobkoch, ktoré sú určené pre styk s potravinami, platné v rámci spoločenstva

(80/766/EHS)

KOMISIA EURÓPSKEHO SPOLOČENSTVA,

so zreteľom na Zmluvu o založení Európskeho hospodárskeho spoločenstva,

so zreteľom na smernicu rady 78/142/EHS z 30. januára 1978 o aproximácii práva členských štátov, týkajúcej sa látok a výrobkov, ktoré obsahujú monomér vinylchloridu a sú určené pre styk s potravinami ([1]) a najmä na jej článok 3,

keďže článok 2 smernice 78/142/EHS stanovuje, že takéto látky a výrobky nemôžu v konečnom produkte obsahovať monomér vinylchloridu v množstve prekračujúcom 1 miligram na kilogram; keďže článok 3 stanovuje, že táto hranica musí byť kontrolovaná analytickými metódami spoločenstva;

keďže na základe sérií spoločných pokusov vo viacerých laboratóriách sa metóda opísaná v prílohe ukázala ako dostatočne presná a reprodukovateľná, aby mohla byť prijatá ako metóda spoločenstva;

keďže opatrenia uvedené v tejto smernici sú v súlade s vyjadrením Stáleho výboru pre potraviny,

PRIJALA TÚTO SMERNICU:

Článok 1

Členské štáty budú požadovať, aby analýzy nevyhnutné na oficiálnu kontrolu hladiny monoméru vinylchloridu v látkach a výrobkoch, ktoré sú určené pre styk s potravinami a uvedené v prílohe ako „látky a výrobky“, boli uskutočňované podľa metódy opísanej v prílohe.

Článok 2

Členské štáty uvedú do platnosti zákony, nariadenia alebo administratívne ustanovenia, ktoré sú v súlade s touto smernicou, najneskôr 18 mesiacov po jej oznámení. Okamžite budú o tom informovať komisiu.

Článok 3

Táto smernica je adresovaná členským štátom.

V Bruseli 8. júla 1980

Za komisiu

Etienne DAVIGNON

člen Komisie

([1]) Ú. v. ES L 44, 15.2.1978, s.15.

PRÍLOHA

STANOVENIE HLADINY MONOMÉRU VINYLCHLORIDU V LÁTKACH A VO VÝROBKOCH

1. ROZSAH A OBLASŤ POUŽITIA

Metódou sa stanovuje hladina monoméru vinylchloridu v látkach a vo výrobkoch.

2. PRINCÍP

Hladina monoméru vinylchloridu (VC) v látkach alebo výrobkoch sa stanovuje plynovou chromatografiou použitím „headspace“ metódy po rozpustení alebo rozsuspendovaní vzorky v n,n-dimetylacetamide.

3. REAGENTY

3.1. Vinylchlorid (VC) o čistote vyššej ako 99,5 % (V/V).

3.2. n, n -dimetylacetamid (DMA) neobsahujúci nečistoty, ktorý má pri testovacích podmienkach rovnakú dobu retencie ako VC alebo ako vnútorný štandard (3.3).

3.3. Dietyléter alebo cis-2-butén v DMA (3.2) ako vnútorný štandardný roztok. Tieto vnútorné štandardy nesmú pri testovacích podmienkach obsahovať nijaké nečistoty, ktoré majú rovnakú dobu retencie ako VC.

4. APARATÚRA

N.B.

Prístroj alebo časť aparatúry sa uvádzajú iba v prípade, ak sú špeciálne alebo vyrobené na základe konkrétnych špecifikácií. Predpokladá sa dostupnosť bežnej laboratórnej aparatúry.

4.1. Plynový chromatograf s automatickým head-space dávkovačom alebo s vybavením na ručné vstrekovanie vzorky.

4.2. Plameňový ionizačný detektor alebo iné detektory uvedené v bode 7.

4.3. Kolóna na plynovú chromatografiu

Kolóna musí zabezpečiť separáciu píkov vzduchu, VC a vnútorného štandardu, ak je tento použitý.

Okrem toho musí kombinovaný systém 4.2 a 4.3. umožniť, aby sa signál získaný z roztoku obsahujúceho 0,02 mg VC/liter DMA alebo 0,02 mg VC/kg DMA rovnal prinajmenšom päťnásobku základného šumu.

4.4. Liekovky alebo banky na vzorky vybavené prepážkami zo silikónu alebo butylkaučuku.

Pri použití manuálnych techník pri dávkovaní vzoriek môže odobratie vzorky z vrchného priestoru dávkovača injekčnou striekačkou spôsobiť čiastočné vákuum vo vnútri liekovky alebo banky. Preto sa pri manuálnych technikách, v prípade, keď liekovky nie sú pred odobratím vzorky pretlakované, odporúča použiť veľké liekovky.

4.5. Mikrostriekačky.

4.6. Plynotesné striekačky na manuálne dávkovanie vzoriek.

4.7. Analytické váhy s presnosťou na 0,1 mg.

5. POSTUP

Upozornenie: VC je pri teplote okolia nebezpečná látka a v plynnom skupenstve, preto príprava roztokov by sa mala uskutočniť v dobre vetranom digestore.

N.B.

— Dodržte všetky nevyhnutné opatrenia na zabránenie stratám VC alebo DMA;

— Pri odoberaní vzoriek použitím manuálnych techník by sa mal použiť vnútorný štandard (3.3);

— V prípade použitia vnútorného štandardu sa musí použiť počas celého postupu ten istý roztok.

5.1. **Príprava koncentrovaného štandardného roztoku VC približne 2 000 mg/kg**

Odvážte s presnosťou na 0,1 mg vhodnú sklenú nádobu a vložte do nej dávku DMA (3.2) (napr. 50 ml). Znovu odvážte. Ku DMA pridajte dávku (napr. 0,1 g) VC (3.1) v tekutej alebo plynnej forme, pomalým vstrieknutím do DMA. VC je možné tiež pridať prebublaním do DMA za predpokladu, že sa použije zariadenie, ktoré zabráni stratám DMA. Znovu odvážte s presnosťou na 0,1 mg. Nechajte stáť dve hodiny, aby bola dosiahnutá rovnováha. Štandardný roztok uchovajte v chladničke.

5.2. **Príprava zriedeného štandardného roztoku VC**

Odoberte odvážené množstvo koncentrovaného štandardného roztoku VC (5.1) a zrieďte na známy objem alebo známe množstvo s DMA (3.2) alebo s vnútorným štandardným roztokom (3.3). Výsledná koncentrácia zriedeného štandardného roztoku je vyjadrená ako mg/liter alebo mg/kg.

5.3. **Príprava kalibračnej krivky**

N.B. — Krivka musí byť vytvorená aspoň siedmimi dvojicami bodov,

— Reprodukovateľnosť odoziev ([1]) musí byť nižšia ako 0,02 mg VC/liter alebo kg DMA.

— Krivka sa musí vypočítať z týchto bodov technikou najmenších štvorcov, t.j. regresná čiara sa musí vypočítať podľa nasledujúcej rovnice:

$$y = a_1 x + a_0$$

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

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

kde:

y = výška alebo plocha píkov v jednotlivých stanoveniach,

x = korešpondujúca koncentrácia na regresnej čiare,

n = počet uskutočnených stanovení ($n \geq 14$),

— krivka musí byť lineárna, t.j. štandardná odchýlka (s) rozdielov medzi meranými odozvami (y_i) a korešpondujúcou hodnotou odoziev vypočítaných z regresnej čiary (z_i) vydelená strednou hodnotou ($\overline{y}$) všetkých meraných odoziev nesmie byť vyššia ako 0,07.

Toto sa vypočíta zo: $\frac{s}{\overline{y}} \leq 0.07$

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

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

y_i = každá individuálna meraná odozva,

z_i = korešpondujúca hodnota odozvy (YI) na vypočítanej regresnej čiare,

$n \geq 14$.

([1]) Pozri odporúčanie ISO DIS 5725: 1977.

Pripravte dve série s minimálne siedmimi liekovkami (4.4). Do každej liekovky nalejte objemy zriedeného štandardného roztoku VC (5.2) a DMA (3.2) alebo vnútorného štandardného roztoku v DMA (3.3) tak, aby výsledná koncentrácia zásobných roztokov bola približne rovná 0; 0,050; 0,075; 0,100; 0,125; 0,150; 0,200, atď. mg/l alebo mg/kg DMA a aby všetky liekovky obsahovali rovnaké množstvo DMA, ktoré sa má použiť podľa bodu 5.5. Liekovky pevne uzatvorte a postupujte podľa opisu uvedeného v bode 5.6. Zostrojte graf, v ktorom hodnoty ordinát znázorňujú plochy (alebo výšky) VC píkov zásobných roztokov alebo pomer týchto plôch (alebo výšok) k zodpovedajúcim píkom vnútorného štandardu a hodnoty abscisy znázorňujú koncentrácie zásobných roztokov VC.

5.4. **Kontrola prípravy štandardných roztokov pripravených podľa bodu 5.1. a 5.2**

Opakujte postup uvedený v bodoch 5.1. a 5.2, aby ste získali druhý zriedený štandardný roztok s koncentráciou rovnajúcou sa 0,1 mg VC/1 alebo 0,1 mg/kg DMA alebo vnútorného štandardného roztoku. Priemer dvoch plynovochromatografických stanovení tohto roztoku sa nesmie odlišovať o viac ako 5 % od korešpondujúceho bodu kalibračnej krivky. Ak je rozdiel vyšší ako 5 %, všetky roztoky pripravené podľa bodu 5.1, 5.2, 5.3 a 5.4 zlikvidujte a opakujte postup od začiatku.

5.5. **Príprava vzoriek látok a výrobkov**

Pripravte dve liekovky (4.4). Do každej liekovky odvážte s presnosťou na 0,1 mg najmenej 200 mg vzorky odobratej z jednotlivej látky alebo výrobku, ktorá bola rozdelená na malé kúsky. Snažte sa zabezpečiť, aby do každej liekovky bolo odvážené rovnaké množstvo. Okamžite liekovku uzatvorte. Do každej liekovky pridajte na každý gram vzorky 10 ml alebo 10 g DMA (3.2) alebo 10 ml alebo 10 g vnútorného štandardného roztoku (3.3). Liekovky pevne uzatvorte a postupujte podľa opisu uvedenom v bode 5.6.

5.6. **Plynovo-chromatografické stanovenia**

5.6.1. Pretrepávajte liekovky, aby sa vyhlo kontaktu medzi tekutinou a prepážkou (4.4) a aby sa získal čo možno najhomogénnejší roztok alebo suspenzia vzoriek látky alebo výrobku (5.5).

5.6.2. Vložte všetky uzavreté liekovky (5.3, 5.4. a 5.5) do vodného kúpeľa na dve hodiny pri teplote 60°± 1°C, aby sa dosiahla rovnováha. Ak je to nevyhnutné, opäť pretrepávajte.

5.6.3. Odoberte vzorku z vrchnej časti liekovky. V prípade použitia manuálnych techník pri odoberaní vzoriek musí sa venovať pozornosť, aby sa získala reprodukovateľná vzorka (pozri bod 4.4), predovšetkým striekačka musí byť predhriata na teplotu vzorky. Zmerajte plochu (alebo výšku) píkov prislúchajúcich VC a vnútornému štandardu v prípade, ak sa tento použije.

5.6.4. Hneď, ako sa na chromatograme objavia píky DMA, odstráňte z kolóny (4.3) nadbytok DMA použitím vhodnej metódy.

6. KALKULÁCIA VÝSLEDKOV

6.1. Interpoláciou nájdite na krivke neznámu koncentráciu každého z obidvoch roztokov vzorky, berúc do úvahy vnútorný štandardný roztok, v prípade, ak je tento použitý. Vypočítajte množstvo VC v každej z obidvoch skúmaných vzoriek látky alebo výrobku použitím nasledujúceho vzorca:

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

kde:

X = koncentrácia VC vo vzorke látky alebo výrobku vyjadrená v mg/kg.

C = koncentrácia VC v liekovke obsahujúcej vzorku látky alebo výrobku (pozri podľa bodu 5.5) vyjadrená v mg/l alebo mg/kg.

V = objem alebo množstvo DMA v liekovke obsahujúcej vzorku látky alebo výrobku (pozri podľa bodu 5.5), vyjadrené v litroch alebo kg.

M = množstvo vzorky látky alebo výrobku vyjadrené v gramoch.

6.2. Koncentrácia VC v skúmanej látke alebo výrobku vyjadrená v mg/kg bude definovaná ako priemer dvoch koncentrácií VC (mg/kg) stanovených podľa bodu 6.1 za predpokladu, že sa splnia kritériá reprodukovateľnosti uvedené v bode 8.

7. POTVRDENIE HLADINY VC

V prípade, keď množstvo VC v látkach alebo výrobkoch, vypočítané podľa bodu 6.2, prekročí maximálne povolené množstvo, výsledky získané analýzou každej z oboch vzoriek (5.6 a 6.1) musia byť potvrdené jedným z troch postupov:

— použitím aspoň jednej ďalšej kolóny (4.3), ktorá má stacionárnu fázu odlišnej polarity. Tento postup by mal pokračovať dovtedy, kým sa nezíska chromatogram bez evidentného prekrytia píkov VC a píkov vnútorného štandardu so zložkami vzorky látky alebo výrobku alebo píkov vnútorného štandardu so zložkami vzorky látky,

— použitím iných detektorov, napr. mikro-elektrolytického vodivostného detektora ([1]),

— použitím hmotnostnej spektrometrie; v tomto prípade, ak molekulové ióny základných látok (m/e) 62 a 64 sa nachádzajú v pomere 3:1, môže to byť s veľkou pravdepodobnosťou považované za potvrdenie prítomnosti VC. V prípade pochybností musí byť skontrolované celé hmotnostné spektrum.

8. REPRODUKOVATEĽNOSŤ

Rozdiel medzi výsledkami dvoch stanovení (6.1), uskutočnených súčasne alebo v rýchlej postupnosti na tej istej vzorke, tým istým analytikom, za tých istých podmienok, nesmie byť vyšší ako 0,2 mg VC/kg látky alebo výrobku.

([1]) Pozri Journal of Chromatographic Science (zväzok 12), marec 1974, strana 152.