31980L0766

16.8.1980 *ОФИЦИАЛЕН ВЕСТНИК НА ЕВРОПЕЙСКИТЕ ОБЩНОСТИ* L 213/42

ДИРЕКТИВА НА КОМИСИЯТА

от 8 юли 1980 година

за определяне на общностен метод за анализ за официален контрол на съдържанието на винилхлориден мономер в материали и предмети, които са предназначени за контакт с храни

(80/766/ЕИО)

КОМИСИЯТА НА ЕВРОПЕЙСКИТЕ ОБЩНОСТИ,

като взе предвид Договора за създаване на Европейската общност,

като взе предвид Директива 78/142/ЕИО на Съвета от 30 януари 1978 г. за сближаване на законодателствата на държавите-членки относно материалите и предметите, които съдържат винилхлориден мономер и са предназначени за контакт с храни [1], и по-специално член 3 от нея,

като има предвид, че член 2 от Директива 78/142/ЕИО предвижда, че материалите и предметите не трябва да съдържат винилхлориден мономер в количество над 1 милиграм за килограм в крайния продукт, а член 3 предвижда, че тази граница трябва да бъде контролирана посредством общностния метод за анализ;

като има предвид, че въз основа на серия съвместни междулабораторни изследвания, е доказано, че описаният в приложението метод е достатъчно точен и възпроизводим, за да бъде приет като общностен метод;

като има предвид, че мерките, предвидени в настоящата директива, са в съответствие със становището на Постоянния комитет по храните,

ПРИЕ НАСТОЯЩАТА ДИРЕКТИВА:

Член 1

Държавите-членки изискват анализът, необходим за официалния контрол на съдържанието на винилхлориден мономер в материали и продукти, предназначени за контакт с храните, обозначени в приложението като „материали и предмети“, да бъде извършван съгласно метода, описан в приложението.

Член 2

Държавите-членки въвеждат в сила законовите, подзаконовите и административните разпоредби, необходими за да се съобразят с настоящата директива, не по-късно от осемнадесет месеца след нейното нотифициране. Те незабавно информират Комисията за това.

Член 3

Адресати на настоящата директива са държавите-членки.

Съставено в Брюксел на 8 юли 1980 година.

За Комисията

Etienne DAVIGNON

Член на Комисията

[1] ОВ L 44, 15.2.1978 г., стр. 15.

ПРИЛОЖЕНИЕ

ОПРЕДЕЛЯНЕ НА СЪДЪРЖАНИЕТО НА ВИНИЛХЛОРИДЕН МОНОМЕР В МАТЕРИАЛИ И ПРЕДМЕТИ

1. ОБХВАТ И СФЕРА НА ПРИЛОЖЕНИЕ

Методът позволява да се определи нивото на винлхлориден мономер в материали и предмети.

2. ПРИНЦИП

Нивото на винилхлоридния мономер (ВХ) в материали и предмети се определя посредством газова хроматография, като се използва метода на парофазен анализ („headspace“) след разтваряне или суспензия на пробата в N,N-диметилацетамид.

3. РЕАКТИВИ

3.1. Винилхлорид (ВХ) с чистота, по-голяма от 99,5 % (обем/обем).

3.2. N,N-диметилацетамид (ДМА), без никакви примеси, които биха могли да имат същото време на задържане като това на ВХ или като на вътрешния стандарт (3.3) при условията на изпитването.

3.3. Диетилов етер или 2цис-бутен, в ДМА (3.2) като разтвора за вътрешен стандарт. Тези вътрешни стандарти не трябва да съдържат никакви примеси със същото време на задържане като това на ВХ при условията на изпитването.

4. АПАРАТУРА

NB: Дадено оборудване или отделен апарат са упоменати само когато са специални или са направени по конкретни спецификации. Приема се, че е налице обичайното лабораторно оборудване и апаратура.

4.1. Газов хроматограф, оборудван с автоматично устройство за вземане на проби за парофазен анализ или с устройство за ръчно инжектиране на пробите.

4.2. Пламъчно-йонизационен детектор или други детектори, упоменати в точка 7.

4.3. Газ-хроматографска колона.

Колоната трябва да позволява разделяне на пиковете на въздуха, ВХ и вътрешния стандарт, ако се използва такъв.

Освен това комбинираната от 4.2 и 4.3 система трябва да позволява сигналът, получен с разтвор, съдържащ 0,02 мг ВХ/л ДМА или 0,02 мг ВХ/кг ДМА, да бъде равен на най-малко пет пъти фоновия шум.

4.4. Флакони или епруветки за проби, оборудвани с прегради от силиконов или бутилов каучук.

Когато се използват ръчни техники за вземане на проби, вземането на проби за парофазен анализ със спринцовка може да предизвика образуването на частичен вакуум вътре във флакона или епруветката. Следователно при ръчно вземане на проби, когато флаконите не са херметизирани преди вземане на пробата, се препоръчва употребата на големи флакони.

4.5. Микроспринцовки.

4.6. Непропускащи газ спринцовки за ръчно вземане на проби за парофазен анализ.

4.7. Аналитична везна с точност до 0,1 мг.

5. ПРОЦЕДУРА

ВНИМАНИЕ: ВХ е опасна газова субстанция при температура на околната среда, следователно приготвянето на разтворите трябва да става в добре вентилирана камина.

NB:

— Вземат се всички необходими предпазни мерки, за да се предотврати всякаква загуба на ВХ или ДМА,

— Когато се използват ръчни техники за вземане на проби, може да се използва вътрешен стандарт (3.3),

— Когато се използва вътрешен стандарт, трябва да се използва един и същ разтвор по време на цялата процедура.

5.1. **Приготвяне на концентриран стандартен разтвор на ВХ, приблизително 2000 мг/кг**

Претегля се с точност до 0,1 мг подходящ стъклен съд и в него се поставя определено количество (например 50 мл) ДМА (3.2). Претегля се отново. Към ДМА се добавя известно количество (например 0,1 г) ВХ (3.1) в течна или газообразна форма, като се инжектира бавно върху ДМА. ВХ може да бъде добавен и посредством продухване в ДМА, при условие че се използва устройство, предотвратяващо загубата на ДМА. Отново се претегля с точност до 0,1 мг. Изчаква се два часа, за да се постигне равновесие. Стандартният разтвор се съхранява в хладилник.

5.2. **Приготвяне на разреден стандартен разтвор на ВХ**

Взема се претеглено количество концентриран стандартен разтвор на ВХ (5.1) и се разрежда до известен обем или известно тегло с ДМА (3.2) или с вътрешен стандартен разтвор (3.3). Концентрацията на получения по този начин разреден стандартен разтвор се изразява съответно в мг/л или мг/кг.

5.3. **Построяване на калибровъчна крива**

NB: — Кривата трябва да включва най-малко седем двойки от точки,

— Повторяемостта на отговорите ([1]) трябва да бъде под 0,02 мг ВХ/л или кг ДМА,

— Кривата трябва да бъде изчислена от тези точки по метода на най-малките квадрати, т.е. регресионната линия трябва да бъде изчислена като се използва следното уравнение

$$y = a_1 x + a_0$$

в което:
$$a_1 = \frac{n\sum xy - (\sum x)\cdot(\sum y)}{n\sum x^2 - (\sum x)^2}$$

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

където:

y = височината или площта на пиковете при всяко отделно определяне,

x = съответната концентрация по регресионната линия,

n = броя извършени определяния ($n \geq 14$).

— кривата трябва да бъде линейна, т.е. стандартното отклонение (s) на разликите между измерените отговори (y_i) и съответната стойност на отговорите, изчислена от регресионната линия (z_i), разделена на средната стойност $\bar{y}$ на всички измерени отговори не трябва да превишава 0,07.

— Това се изчислява по следния начин: $\frac{s}{\bar{y}} \leq 0.07$

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

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

където:

y_i = всеки отделен измерен отговор,

z_i = съответната стойност на отговора (y_i) по изчислената регресионна линия,

$n \geq = 14$.

([1]) Виж препоръка ISO DIS 5725:1977 г.

Приготвят се две серии от най-малко седем флакона (4.4). Към всеки флакон се добавят обеми разреден стандартен разтвор на ВХ (5.2) и ДМА (3.2) или вътрешен стандартен разтвор в ДМА (3.3) така, че крайната концентрация на ВХ в двойките разтвори ще бъде приблизително равна на 0; 0,050; 0,075; 0,100; 0,125; 0,150; 0,200 и т.н. мг/л или мг/кг ДМА и така, че всички флакони да съдържат едно и също количество ДМА, което да се използва в точка 5.5. Флаконите се запечатват и се продължава, както е описано в точка 5.6. Построява се графика, в която стойностите по ординатата показват площите (или височините) на пиковете на ВХ на двойките разтвори или съотношението на тези площи (или височини) към тези на съответните пикове на вътрешния стандарт, а по абцисата стойностите показват концентрациите на ВХ на двойките разтвори.

5.4. **Валидиране на приготвянето на стандартни разтвори, получени в точки 5.1 и 5.2**

Повтаря се процедурата, описана в точки 5.1 и 5.2, за да се получи втори разреден стандартен разтвор с концентрация, равна на 0,1 mg ВХ/l или 0,1 mg/kg ДМА или вътрешен стандартен разтвор. Средната стойност на двете газ-хроматографски определяния на този разтвор не трябва да се различават с повече от 5 % от съответната точка по калибровъчната крива. Ако разликата е по-голяма от 5 %, всички разтвори, получени в точки 5.1, 5.2, 5.3 и 5.4, се отхвърлят и процедурата се повторя отначало.

5.5. **Приготвяне на проби от материали или предмети**

Приготвят се два флакона (4.4). Във всеки флакон се претеглят не по-малко от 200 мг с точност до 0,1 мг от пробата, получена само от един изследван материал или предмети, който е надробен на малки парченца. Прави се опит във всеки флакон да бъде претеглено еднакво количество. Флаконът незабавно се затваря. Към всеки флакон, за всеки грам проба се добавят по 10 мл или 10 г. ДМА (3.2) или 10 мл или 10 г. вътрешен стандартен разтвор (3.3). Флаконите се запечатват и се продължава, както е описано в точка 5.6.

5.6. **Газ-хроматографски определяния**

5.6.1. Флаконите се разклащат, като се избягва контакт между съдържащата се течност и преградата (4.4), за да се получи колкото е възможно по-хомогенен разтвор или суспензия на пробите материал или предмет (5.5).

5.6.2. Всички запечатани флакони (5.3, 5.4 и 5.5) се поставят на водна баня за два часа при 60° ± 1 °C, за да се позволи постигане на равновесие. Ако е необходимо, се разклаща наново.

5.6.3. От флакона се изтегля проба за парофазен анализ. Когато се прилагат ръчни техники за вземане на пробите, за да се получи възпроизводима проба (виж точка 4.4), трябва да се внимава, и по-специално със спринцовката, която трябва да бъде предварително затоплена до температурата на пробата. Измерва се площта (или височината) на пиковете, свързани с ВХ и вътрешния стандарт, ако е използван такъв.

5.6.4. Веднага след като на хроматограмата се появят пиковете на ДМА, от колоната (4.3) се отстранява излишния ДМА, като се използва подходящ метод.

6. ИЗЧИСЛЯВАНЕ НА РЕЗУЛТАТИТЕ

6.1. Чрез интерполация по кривата се определя неизвестната концентрация на всеки от двата разтвора в пробата, като се взема предвид вътрешния стандартен разтвор, ако е използван такъв. Изчислява се количеството ВХ във всяка от двете проби от изследвания материал или предмет, като се прилага следната формула:

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

където:

X = концентрация на ВХ в пробата материал или предмет, изразена в мг/кг;

C = концентрация на ВХ във флакон, съдържащ проба от материала или предмета (виж точка 5.5), изразена в мг/л или мг/кг;

V = обем или маса ДМА във флакона, съдържащ проба от материала или предмета (виж точка 5.5), изразена в л или кг;

M = количество на пробата от материала или артикула, изразено в г.

6.2. Концентрацията на ВХ в изследвания материал или артикул, изразена в мг/кг е средната стойност от двете концентрации на ВХ (мг/кг), определени в точка 6.1, при условие че отговарят на критерия за повторяемост от точка 8.

7. ПОТВЪРЖДАВАНЕ НИВОТО НА ВХ

В случаите, когато съдържанието на ВХ в материали или предмети, изчислено по точка 6.2, превишава максималното допустимо количество, резултатите, получени при анализа на всяка от двете проби (5.6 и 6.1), трябва да бъдат потвърдени по един от трите начина:

— чрез използване на най-малко една друга колона (4.3), която има стационарна фаза с различна полярност. Процедурата трябва да продължи докато бъде получена хроматограма без данни за наслагване на пиковете на ВХ и/или вътрешния стандарт със съставките на пробата материал или предмет,

— чрез използване на други детектори, например микроелектролитен детектор на проводимост ([1]),

— чрез използване на масспектрометрия. В този случай, ако молекулярни йони с маси на изходните продукти (маса/заряд) 62 и 64 бъдат открити в съотношение 3:1, може да се счита с голяма вероятност, че е потвърдено наличието на ВХ. В случай на съмнение, трябва да бъде проверен целият мас-спектър.

8. ПОВТОРЯЕМОСТ

Разликата между резултатите от две определяния (6.1), извършени едновременно или в бърза последователност върху една и съща проба, от един и същ лаборант, при едни и същи условия, не трябва да превишава 0,2 мг ВХ/кг материал или предмет.

([1]) Виж Списание за хроматография, том 12, март 1974 г., стр. 152.