

**TILSKIPUN FRAMKVÆMDASTJÓRNARINNAR**

frá 8. júlí 1980

**um greiningaraðferð innan bandalagsins á vínýklóríðeinliðum í efnum og hlutum sem ætlað er að komast í snertingu við matvæli****(80/766/EBE)**FRAMKVÆMDASTJÓRN EVRÓPUBANDALAGANNA  
HEFUR

SAMÞYKKT TILSKIPUN ÞESSA:

*1. gr.*

með hliðsjón af stofnsáttmála Efnahagsbandalags Evrópu,

Aðildarríkin skulu krefjast þess að nauðsynlegar greiningar vegna opinbers eftirlits með magni vínýklóríðeinliða í efnum og hlutum sem er ætlað að komast í snertingu við matvæli, í viðaukanum nefnt „efni og hlutir“, skuli gerðar samkvæmt aðferðinni sem lýst er í viðaukanum.

með hliðsjón af tilskipun ráðsins 78/142/EBE frá 30. janúar 1978 um samræmingu laga aðildarríkjanna varðandi efni og hluti sem innihalda vínýklóríðeinliður og ætlað er að komast í snertingu við matvæli <sup>(1)</sup>, einkum 3. gr.,*2. gr.**og að teknu tilliti til eftirfarandi:*

Aðildarríkin skulu samþykka nauðsynleg lög og stjórnsýslufyrirmæli til að fara að þessari tilskipun eigi síðar en 18 mánuðum eftir birtingu hennar. Þau skulu tilkynna það framkvæmdastjórninni þegar í stað.

Í 2. gr. tilskipunar 78/142/EBE er kveðið á um að slík efni og hlutir megi ekki innihalda meira af vínýklóríðeinliðum en 1 mg/kg í fullunninni vöru og í 3. gr. að beita skuli bandalagsgreiningaraðferð við eftirlit með þessum mörkum.

*3. gr.*

Við sameiginlegar rannsóknir ýmissa rannsóknarstofa hefur aðferðin sem lýst er í viðaukanum reynst nægilega nákvæm og framkvæmanleg til að verða samþykkt sem bandalagsaðferð.

Tilskipun þessari er beint til aðildarríkjanna.

Þær ráðstafanir sem kveðið er á um þessari tilskipun eru í samræmi við álit fastanefndarinnar um matvæli.

Gjört í Brussel 8. júlí 1980.

*Fyrir hönd framkvæmdastjórnarinnar,*

Étienne DAVIGNON

*framkvæmdastjóri.*

---

<sup>(1)</sup> Stjtið. EB nr. L 44, 15. 2. 1978, bls. 15.

## VIÐAUKI

## ÁKVÖRÐUN Á MAGNI VINÝLKLÓRÍÐEINLIÐA Í EFNUM OG HLUTUM

## 1. UMFANG OG GILDISSVIÐ

Með þessari aðferð er unnt að ákvarða magn vinýlklóríðeinliða í efnum og hlutum.

## 2. MEGINREGLA

Við ákvörðun á magni vinýlklóríðeinliða (VC) í efnum og hlutum er notaður gasgreinir með „headspace“-aðferðinni eftir upplausn eða blöndun sýnisins í N,N-dímetylasetamíði.

## 3. HVARFEFNI

3.1. Vinýlklóríð (VC), hreinna en 99,5% (v/v).

3.2. N,N-dímetylasetamíð (DMA), laust við óhreinindi með sama rástíma og VC eða innri staðall (3.3) samkvæmt prófunarskilyrðum.

3.3. Díetýleter eða cis-2-búten í DMA (3.2) eins og innri staðallausnin. Þessir innri staðlar verða að vera lausir við óhreinindi með sama rástíma og VC samkvæmt prófunarskilyrðunum.

## 4. BÚNAÐUR

*N.B.:*

Aðeins tæki eða tækjahlutar sem teljast sértæki og tæki sem verða að uppfylla sérstakar kröfur eru nefnd. Gert er ráð fyrir að almennur rannsóknarstofubúnaður sé tiltækur.

4.1. Gasgreinir með sjálfvirkum „headspace“-sýnatökubúnaði eða handvirkri innsprautun.

4.2. Logajónunarnemi eða aðrir nemar nefndir í lið 7.

4.3. Gasgreinissúla.

Í súlunni verður að vera hægt að aðskilja toppana af lofti, VC og innri staðlinum, ef hann er notaður.

Enn fremur verður 4.2 og 4.3 sameinað að hafa slíka næmni að merkið sem fæst með lausn með 0,02 mg VC/1 DMA eða 0,02 mg VC/kg DMA verði að minnsta kosti fimm sinnum sterkara en bakgrunnstruflunin.

4.4. Glös eða kolbur með silíkoni eða bútýlgúmmfhimnu.

Þegar handvirkar aðferðir eru notaðar við „headspace“-sýnatöku með sprautu getur myndast nokkurt lofttæmi í glasi eða kolbu. Því er mælt til þess að notuð séu stór glös við handvirkar aðferðir hafi ekki verið bætt lofti í glösin fyrir sýnatöku.

4.5. Smásprautur.

4.6. Gasþéttar sprautur fyrir handvirka „headspace“-sýnatöku.

4.7. Fínvog með 0,1 mg nákvæmni.

## 5. VINNUAÐFERÐ

VARÚÐ: VC er hættulegt efni og gas við stofuhita. Sakir þessa ætti að útbúa lausnir í vel loftræstum stínkskáp.

N.B.:

- gera skal allar nauðsynlegar varúðarráðstafanir til að tryggja að ekkert VC eða DMA tapist;
- þegar sýni eru tekin handvirkt ætti að nota innri staðal (3.3);
- þegar innri staðall er notaður verður að notast við sömu lausnina allt vinnuferlið.

### 5.1. Gerð óblandaðrar staðallaunar af VC, um það bil 2 000 mg/kg

Hentugt glerlát er vegið með 0,1 mg nákvæmni; síðan er sett í það tiltekið magn (t.d. 50 ml) af DMA (3.2). Vigtist aftur. Bætt er við DMA tilteknu magni (t.d. 0,1 g) af VC (3.1) í vökva- eða gasformi með því að dæla því rólega í DMA. Einnig má bæta VC við DMA með loftblæstri, að því tilskildu að notað sé tæki sem kemur í veg fyrir tap á DMA. Vigtist aftur með 0,1 mg nákvæmni. Beðið er í tvær stundir meðan jafnvægi kemst á. Staðallaunin skal geymd í kælskáp.

### 5.2. Gerð þynntrar staðallaunar af VC

Taka skal vegið magn af óblandaðri staðallaun af VC (5.1) og þynna hana, að þekktu magni eða þyngd, með DMA (3.2) eða með innri staðallaun (3.3). Styrkleiki þynntu staðallaunarinnar er sýndur sem mg/l eða mg/kg.

### 5.3. Gerð kvörðunarferils

N.B.:

- ferillinn verður að minnsta kosti að ná yfir sjö punktatvenndir,
- endurtekningarhæfni svarana <sup>(1)</sup> verður að vera lægra en 0,02 mg VC/l eða kg af DMA,
- ferillinn skal reiknaður frá þessum punktum með aðferð minnstu kvaðrata, þ.e. aðhvarfsferilinn verður að reikna eftir þessari jöfnu:

$$y = a_1x + a_0$$

þar sem:

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

og:

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

þar sem:

y = hæð eða flatarmál toppa í einstakri ákvörðun,

x = samsvarandi styrkleiki á aðhvarfsferlinum,

n = fjöldi ákvarðana (n ≥ 14);

- ferillinn verður að vera línulegur, þ.e. staðalfrávik (s) mældra gilda (y<sub>i</sub>) og samsvarandi reiknaðra gilda út frá aðhvarfsferlinum (z<sub>i</sub>) deilt með meðalgildi ( $\bar{y}$ ) allra mældra gilda má ekki fara yfir 0,07.

Þetta skal reiknað þannig:  $\frac{s}{\bar{y}} \leq 0,07$

þar sem:

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

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

y<sub>i</sub> = mæld gildi,

z<sub>i</sub> = samsvarandi gildi y<sub>i</sub> út frá aðhvarfsferlinum,

n ≥ 14.

<sup>(1)</sup> Sjá ISO-tilmælin DIS 5725 : 1977.

Útbúnar eru tvær raðir með að minnsta kosti sjö glösnum (4.4). Í hvert glas er sett þynnt staðallausn af VC (5.2) og DMA (3.2) eða innri staðallausn í DMA (3.3) þannig að endanlegur VC-styrkur samhliða lausnanna verði um það bil 0; 0,050; 0,075; 0,100; 0,125; 0,150; 0,200 o.s.frv. mg/l eða mg/kg af DMA og að í öllum glösunum verði DMA-magnið samkvæmt lið 5.5. Glösin eru innsigluð og haldið áfram samkvæmt lið 5.6. Teiknað er ferilrit þar sem lóðréttu gildin sýna flatarmál (eða hæð) VC-toppa samhliða lausnanna eða hlutfall þessa flatarmáls (eða hæðar) og toppa innri lausnarinnar og láréttu gildin sýna VC-styrk samhliða lausnanna.

#### 5.4. Eftirlit með gerð staðallausna samkvæmt liðum 5.1. og 5.2.

Ferlið í liðum 5.1 og 5.2 er endurtekið til að útbúa nýja þynnta staðallausn með styrkinn 0,1 mg VC/l eða 0,1 mg/kg af DMA eða innri staðallausn. Meðaltal tveggja ákvarðana á þessari lausn með gasgreini má ekki vera meira en 5% frá tilvarandi punkti á kvörðunarferlinum. Ef munurinn er meiri en 5% skal hafna öllum lausnum sem fengnar eru samkvæmt liðum 5.1, 5.2, 5.3 og 5.4 og byrja aftur frá byrjun.

#### 5.5. Undirbúningur sýna af efnunum og hlutum

Tvö glös eru undirbúin (4.4). Í hvort glas eru vegin minnst 200 mg sýnis, með 0,1 mg nákvæmni, úr efni eða hlut sem er til rannsóknar og búið er að skipta niður í litlar einingar. Leitast skal við að vigta sama magn í hvort glas. Loka skal glasinu undir eins. Í hvort glas skal bæta fyrir hvert gramm sýnis 10 ml eða 10 g af DMA (3.2) eða 10 ml eða 10 g af innri staðallausn (3.3). Glösin eru innsigluð og haldið áfram samkvæmt lið 5.6.

#### 5.6. Ákvarðanir með gasgreini

- 5.6.1. Glösin eru hrist, þó þannig að vökvinn í þeim komist ekki í snertingu við himnuna (4.4), til að lausn eða sviflausn sýnanna úr efni eða hlut (5.5) verði eins lík og hægt er.
- 5.6.2. Öll innsigluðu glösin (5.3, 5.4 og 5.5) eru sett í vatnsbað í tvær stundir við  $60 \pm 1^\circ \text{C}$  til að koma á jafnvægi. Hristist aftur ef þörf er á.
- 5.6.3. Tekið er sýni frá „headspace“ og sett í glasið. Þegar sýni er tekið handvirkt verður að gæta þess að hægt verði að ná slíku sýni fram aftur (sjá lið 4.4); einkanlega verður að gæta þess að hita sprautuna áður þannig að hún verði jafnheit og sýnið. Mæla skal flatarmál (eða hæð) toppa VC eða innri staðallausnarinnar, sé hún notuð.
- 5.6.4. Umframmagn af DMA er fjarlægt úr súlunni (4.3) með viðeigandi aðferð um leið og toppar af DMA birtast á gasgreinisferlinum.

### 6. REIKNIAÐFERÐ

- 6.1. Við innreikning á ferlinum finnst styrkur beggja sýnislausna með hliðsjón af innri staðallausninni, sé hún notuð. Reikna skal út magn VC í hvoru sýninu af efni eða hlut sem er til rannsóknar með eftirfarandi formúlu:

$$X = \frac{C \times V}{M} 1\,000$$

þar sem:

X = styrkur VC í sýninu af efninu eða hlutnum, gefinn upp í mg/kg.

C = styrkur VC í glasinu með sýninu af efninu eða hlutnum (sjá lið 5.5), gefinn upp í mg/l eða mg/kg.

V = rúmmál eða massi DMA í glasinu með sýninu af efninu eða hlutnum (sjá lið 5.5), gefinn upp í lítrum eða kílógrömmum.

M = magn sýnis af efninu eða hlutnum, gefið upp í grömmum.

- 6.2. Styrkur VC í efninu eða hlutnum sem er til rannsóknar, uppgefinn í mg/kg, á að vera meðaltalsstyrkur beggja sýnanna samkvæmt lið 6.1, að því tilskildu að endurtekningarskýrðinu í lið 8 sé fullnægt.

### 7. STAÐFESTING Á VC-MAGNI

Ef VC-innihald í efnunum og hlutum eftir útreikningi samkvæmt lið 6.2 reynist yfir leyfilegu hámarki verður að staðfesta niðurstöður greiningar í hvoru sýnanna fyrir sig (5.6 og 6.1) eftir einni af eftirfarandi þremur leiðum:

- með því að nota að minnsta kosti eina aðra súlu (4.3) með stöðugum fasa með annarri skautun. Þetta ferli á að halda áfram uns fengist hefur gasgreinisferill sem sýnir að engir toppar af VC og/eða innri staðallausn skarist við efnishluta úr sýninu af efninu eða hlutum,
- með því að nota aðra nema, t.d. míkro-rafleiðniskynjara, <sup>(1)</sup>
- með því að nota massagreini. Ef mólekúl-jónir með massa (m/e) 62 og 64 finnast í hlutfallinu 3 : 1 má telja nær fullvíst að VC fyrirfinnist. Leiki vafi á um þetta verður að kanna allt massarófið.

8. ENDURTEKNINGARHÆFNI

Munur á niðurstöðum tveggja ákvarðana (6.1.) sem gerðar eru á sama sýni, samtímis eða án þess að hlé verði á milli, af sama greinanda og við sams konar skilyrði, má ekki vera meiri en 0,2 mg VC/kg af efni eða hlut.

---

<sup>(1)</sup> Sjá Journal of Chromatographic Science, 12. bindi, mars 1974, bls. 152.