

ПРАВИЛНИК**О МАТЕРИЈАЛИМА И ПРЕДМЕТИМА КОЈИ САДРЖЕ
ВИНИЛ ХЛОРИД МОНОМЕР И НАМИЈЕЊЕНИ СУ ЗА
КОНТАКТ СА ХРАНОМ****ДИО ПРВИ - ОПШТЕ ОДРЕДБЕ**

Члан 1.

(Предмет)

Правилником о материјалима и предметима који садрже винил хлорид мономера и намијењени су за контакт са храном (у даљем тексту: Правилник) регулише се присуство винил хлорид мономера унутар, и могућу миграцију из, материјала и предмета који су припремљени од винил хлорид полимера или кополимера (у даљем тексту: материјали и предмети), а који су у свом крајњем стању намијењени за контакт са храном, или који су у контакту са храном и намијењени су за ту сврху.

Члан 2.

(Општи услови)

- (1) Материјали и предмети не смију садржавати количину винил хлорид мономера која прелази ниво утврђен у Анексу I, који је саставни дио овог правилника.
- (2) Материјали и предмети не смију на храну која је у контакту или је доведена у контакт с тим материјалима и предметима пренијети винил хлорид који је могуће детектовати методом која је у складу са критеријумима утврђеним у Анексу II, који је саставни дио овог правилника.

Члан 3.

(Методе анализе)

- (1) Анализа неопходна за службену контролу нивоа винил хлорид мономера у материјалима и предметима намијењеним за контакт са храном, који се наводе као материјали и предмети у Анексу III, који је саставни дио овог правилника, обавља се у складу са методом која је описана у Анексу III.
- (2) Анализа неопходна за службену контролу нивоа винил хлорида који испуштају материјали и предмети у храну обавља се у складу са методом описаном у Анексу IV овог правилника.

ДИО ДРУГИ - ПРЕЛАЗНЕ И ЗАВРШНЕ ОДРЕДБЕ

Члан 4.

(Службене контроле)

Службене контроле и инспекцијски надзор над спровођењем овог правилника обављаће се у складу са важећим прописима.

Члан 5.

(Ступање на снагу)

Овај правилник ступа на снагу осмог дана од дана објављивања у "Службеном гласнику БиХ".

СМ број 115/10
21. јануара 2010. године
Сарајево

Председавајући
Савјета министара БиХ
Др **Никола Шпирлић**, с. р.

АНЕКС I**МАКСИМАЛНИ НИВО ВИНИЛ ХЛОРИД МОНОМЕРА У
МАТЕРИЈАЛИМА И ПРЕДМЕТИМА**

Један милиграм по килограму у крајњем производу.

АНЕКС II**КРИТЕРИЈУМИ КОЈИ СЕ ПРИМЈЕЉУЈУ НА МЕТОДУ
ОДРЕЂИВАЊА НИВОА ВИНИЛ ХЛОРИДА У
МАТЕРИЈАЛИМА И ПРЕДМЕТИМА И ОДРЕЂИВАЊА
ВИНИЛ ХЛОРИДА КОЈИ ОСЛОБОДЕ МАТЕРИЈАЛИ И
ПРЕДМЕТИ**

- (1) Ниво винил хлорида у материјалима и предметима и ниво винил хлорида који ослободе материјали и предмети у храну одређује се хроматографијом у гасној фази користећи "headspace" методу.

На основу члана 17. став 2. и члана 72. Закона о храни ("Службени гласник БиХ", број 50/04) и члана 17. Закона о Савјету министара Босне и Херцеговине ("Службени гласник БиХ", бр. 30/03, 42/03, 81/06, 76/07, 81/07, 94/07 и 24/08), Савјет министара Босне и Херцеговине, на приједлог Агенције за безбједност хране Босне и Херцеговине, у сарадњи са надлежним органима ентитета и Брчко Дистрикта Босне и Херцеговине, на 113. сједници одржаној 21. јануара 2010. године, донио је

- (2) У сврху одређивања винил хлорида који ослободе материјали и предмети у храну, поставља се детекцијски лимит од 0,01 mg/kg.
- (3) Винил хлорид који ослободе материјали и предмети у храну у принципу се одређује у храни. Када се покаже да је одређивање у одређеној храни немогуће из техничких разлога, може се одобрити одређивање са симулантима за ту специфичну храну.

АНЕКС III

ОДРЕЂИВАЊЕ НИВОА ВИНИЛ ХЛОРИД МОНОМЕРА У МАТЕРИЈАЛИМА И ПРЕДМЕТИМА

ГЛАВА I - ОБИМ И ПОЉЕ ПРИМЈЕНЕ

Ова метода одређује ниво винил хлорид мономера у материјалима и предметима.

ГЛАВА II - ПРИНЦИП

Ниво винил хлорид мономера (VC) у материјалима или предметима одређује се путем гасне хроматографије користећи "headspace" методу након растварања или суспензије узорка у N,N-диметилацетамиду.

ГЛАВА III - РЕАГЕНСИ

- (1) Винил хлорид (VC), чистоће веће од 99,5 % (в/в).
- (2) N,N-диметилацетамид (DMA), без икаквог загађења које има исто вријеме ретенције као VC или као интерни стандард (став (3) ове главе) у условима у којима се обавља тест.
- (3) Диетил етер или цис-2-бутен, у DMA (став (2) ове главе) као раствор интерног стандарда. Ови интерни стандарди не смију садржавати било какво загађење које има исто вријеме ретенције као VC, у условима у којима се обавља тест.

ГЛАВА IV - ОПРЕМА

Напомена

Инструмент или дио опреме помиње се само ако је он посебан или ако је прављен по посебним спецификацијама. Уобичајена лабораторијска опрема сматра се доступном.

- (1) Гасни хроматограм опремљен са аутоматским "head-space" узимачем узорка или са опремом за мануелно убризгавање узорка
- (2) Детектор јонизације пламеном или други детектори који се помињу у Глави VII овог анекса
- (3) Колона гасне хроматографије
Колона мора дозвољавати раздвајање врхова у ваздуху, VC и интерног стандарда, ако се он користи.
Надаље, комбиновани систем из ст. (2) и (3) ове главе мора омогућити да је сигнал који се добије од раствора који садржи 0,02 mg VC/l DMA или 0,02 mg VC/kg DMA најмање пет пута већи од позадинског шума.
- (4) Цјевчице или бочице за узорке опремљене силиконским или бутил гуменим септумима
Кад се користе мануелне технике узорковања, узимање узорка шприцом из "headspace" простора може узроковати формирање дјелимичног вакуума унутар цјевчице или бочице. Дакле, за мануелне технике гдје цјевчице нису под притиском прије узимања узорка, препоручује се употреба већих цјевчица.
- (5) Микро шприце
- (6) Херметичке шприце за "headspace" мануелно узимање узорка
- (7) Аналитичка вага са тачношћу до 0,1 mg.

ГЛАВА V - ПРОЦЕДУРА

УПОЗОРЕЊЕ: VC је опасна супстанца и налази се као гас при собној температури, тако да би раствор требало припремати у добро вентилираном дигестору.

Напомена

- Потребно је предузети све неопходне мјере како би се обезбиједило да не дође до губитка VC или DMA;

- Када се користе мануелне технике узимања узорка, потребно је примјењивати интерне стандарде из Главе III став (3) овог анекса;
- Када се примјењује интерни стандард, мора се користити исти раствор током читавог поступка.
- (1) Припрема концентрованог стандардног раствора VC од приближно 2000 mg/kg
Са тачношћу до најближе 0,1 mg, извагати одговарајућу стаклену посуду и у њу ставити одређену количину (нпр. 50 ml) DMA (Глава III став (2) овог анекса). Поново извагати. У DMA додати одређену количину (нпр. 0,1 г) VC (Глава III став (1) овог анекса) у течном или гасном стању, полагаоно убризгавајући га у DMA. VC се такође може додати упухивајући га на DMA, под условом да се користи уређај који ће спријечити губитак DMA. Поново извагати до најближе 0,1 mg. Оставити два сата како би се омогућило да се постигне еквилибриј. Стандардни раствор чувати у фрижидеру.
- (2) Припрема разблаженог стандардног раствора VC
Уzeti извагану количину концентрованог стандардног раствора VC (став (1) ове главе) и разблажити га, до познате запремине или познате тежине, са DMA (Глава III став (2) овог анекса) или са раствором интерног стандарда (Глава III став (3) овог анекса). Концентрација резултирајућег разблаженог стандардног раствора изражава се у mg/l односно mg/kg.
- (3) Припрема калибрационе криве

Напомена

- Крива мора садржавати најмање седам пари тачака,
- поновљивост очитавања⁽¹⁾ мора бити нижа од 0,02 mg VC/l или kg DMA,
- крива мора бити израчуната на основу ових тачака техником најмањих квадрата, тј. линија регресије мора бити израчуната коришћењем следеће једначине:

$$y = a_1x + a_0$$

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

и:

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

гдје је

y = висина или површина највиших тачака у било којем јединственом одређивању,

x = одговарајућа концентрација линије регресије,

n = број проведених одређивања (n ≥ 14),

- крива мора бити линеарна, тј. стандардна девијација (s) разлика између измјерених очитавања (y₁) и одговарајућих вриједности очитавања које су израчунате с линије регресије (z₁) подијељено са средњом вриједношћу (y) свих измјерених очитавања не смије прелазити 0,07:

То се рачуна помоћу: $\frac{s}{y} \leq 0,07$

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

и:

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

y_i = свако појединачно измјерено читавање,

z_i = одговарајућа вриједност читавања (y_i) на израчунатој линији регресије,

$n \geq 14$

Припремити двије серије од најмање седам цјевчица (Глава IV став (4) овог анекса). У сваку цјевчицу додати запремину разблаженог стандардног раствора VC (Глава V став (2) овог анекса) и ДМА (Глава III став (2) овог анекса) или раствора интерног стандарда у ДМА (Глава III став (3) овог анекса) тако да коначна концентрација VC раствора дупликата буде приближно једнака 0; 0,050; 0,075; 0,100; 0,125; 0,150; 0,200, итд. мг/л или mg/kg ДМА и да све цјевчице садрже исту количину ДМА која ће се користити према ставу (5) ове главе. Зачелити цјевчице и наставити како је описано у ставу (6) ове главе. Сачинити графикон на којем вриједности ординате показују површину (или висину) највиших тачака VC раствора дупликата или однос ових површина (или висина) са релевантним највишим тачкама интерног стандарда а вриједности апсцисе показују концентрације VC раствора дупликата.

- (4) Валидација припреме стандардних раствора добијених у ст. (1) и (2) ове главе.

Поновити процедуру описану у ст. (1) и (2) ове главе да би се добио други стандардни раствор концентрације једнак 0,1 mg VC/л или 0,1 mg/kg ДМА или интерног раствора. Просјек два одређивања гасном хроматографијом овог раствора не смије се разликовати више од 5% у односу на одговарајућу тачку на калибрационој кривој. Ако је разлика већа од 5%, одбијају се сви раствори добијени у ст. (1), (2), (3) и (4) ове главе и понавља процедура од почетка.

- (5) Припрема узорка материјала или предмета

Припремити двије цјевчице епрувете (Глава IV став (4) овог анекса). У сваку цјевчицу одмјерити најмање 200 mg, до најближе 0,1 mg, узорка добијеног из једног материјала или предмета који се испитује и који је уситњен на мале дијелове. Покушати осигурати да се у сваку цјевчицу изваже једнака количина. Одмах затворити цјевчице. За сваки грам узорка у сваку цјевчицу додати 10 ml или 10 g ДМА (Глава III став (2) овог анекса) или 10 ml или 10 g раствора интерног стандарда (Глава III став (3) овог анекса). Херметички затворити бочице и наставити како је описано у ставу (6) ове главе.

- (6) Одређивања гасном хроматографијом

а) Продрмати цјевчице избјегавајући контакт између течности и септума (Глава IV став (4) овог анекса) како би се добило што је могуће хомогенизованији раствор или суспензија узорка материјала или предмета (став (5) ове главе).

б) Ставити све затворене цјевчице (ст. (3), (4) и (5) ове главе) у водену купку на два сата на $60 \pm 1^\circ\text{C}$ како би се омогућило да се достигне еквилибриј. Поново продрмати, по потреби.

ц) Узети узорак из "headspace" простора у цјевчици. Када се користе мануелне технике узимања узорка, мора се обратити пажња да се добије репродуктиван узорак (види Глава IV став (4) овог анекса). Посебно, шприца се мора претходно загријати до температуре узорка. Измјерити површину (или висину) врхова који се односе на VC и на интерни стандард ако је био коришћен.

д) Одстранити са колоне (Глава IV став (3) овог анекса) вишак ДМА одговарајућом методом чим се врхови који проистичу из ДМА покажу на хроматограму.

ГЛАВА VI - ИЗРАЧУНАВАЊЕ РЕЗУЛТАТА

- (1) Помоћу интерполације на кривој пронаћи непознату концентрацију и једног и другог раствора узорка узимајући у обзир раствор интерног стандарда ако је био коришћен. Израчунати количину VC у оба узорка материјала или предмета који се тестира помоћу следеће формуле:

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

гдје је:

X=концентрација VC у узорку материјала или предмета изражена у mg/kg.

C=концентрација VC у цјевчици која садржи узорак материјала или предмета (види Глава V став (5) овог анекса) изражена у mg/l или mg/kg.

V=запремина или маса ДМА у цјевчици која садржи узорак материјала или предмета (види Глава V став (5) овог анекса) изражена у литрима или килограмима.

M=количина узорка материјала или предмета, изражена у грамама.

- (2) Концентрација VC у материјалу и предмету који се испитује изражена у mg/kg је средња вриједност двије концентрације VC (mg/kg) одређене у ставу (1) ове главе под условом да је испуњен критеријум поновљивости из Главе VIII.

ГЛАВА VII - ПОТВРДА НИВОА VC

У случајевима када садржај VC у материјалима и предметима који је израчунат на основу Главе VI став (2) овог анекса прелази максималну дозвољену количину, резултати који су добијени анализом оба узорка (Глава V став (6) и Глава VI став (1) овог анекса) морају бити потврђени на један од три начина:

– користећи најмање још једну колону (Глава IV став (3) овог анекса) са стационарном фазом која има другачију поларност

Ову процедуру потребно је наставити док се не добије хроматограм без доказа о преклапању врхова VC и/или интерног стандарда са састојцима узорка материјала или предмета,

– користећи друге детекторе, нпр. микроелектролитски детектор кондуктивности,

– користећи масену спектрометрију.

У овом случају, ако су молекуларни јони са изворним масама (m/e) од 62 и 64 присутни у односу 3:1, може се сматрати са високом вјероватноћом као потврда присутности VC. У случају двоумљења, потребно је провјерити читав масени спектар.

ГЛАВА VIII - ПОНОВЉИВОСТ

Разлика између резултата два одређивања (Глава VI став (1) овог анекса) која су извршена симултано или брзо један за другим на истом узорку, од стране истог аналитичара, под истим условима, не смије прелазити 0,2 mg VC/kg материјала или предмета.

АНЕКС IV

ОДРЕЂИВАЊЕ ВИНИЛ ХЛОРИДА КОЈИ ИСПУШТАЈУ МАТЕРИЈАЛИ И ПРЕДМЕТИ У ХРАНУ

ГЛАВА I - ОБИМ И ПОЉЕ ПРИМЈЕНЕ

Ова метода одређује ниво винил хлорида у храни.

ГЛАВА II - ПРИНЦИП

Ниво винил хлорида (VC) у храни одређује се путем гасне хроматографије користећи 'headspace' методу.

ГЛАВА III - РЕАГЕНСИ

- (1) Винил хлорид (VC), чистоће веће од 99,5% (в/в).
 (2) N,N-диметилацетамид (ДМА), без икаквог онечишћења која имају исто вријеме ретенције као VC или као интерни стандард (став (3) ове главе) у условима у којима се врши тест.

- (3) Диетил етер или цис-2-бутен, у ДМА (став (2) ове главе) као раствор интерног стандарда. Ови интерни стандарди не смију садржавати било какво онечишћење које има исто вријеме ретенције као VC, у условима у којима се врши тест.
- (4) Дестилована вода или деминерализирана вода еквивалентне чистоће.

ГЛАВА IV - ОПРЕМА

Напомена:

Инструмент или дио опреме се спомиње само ако је он посебан или ако је прављен по посебним спецификацијама. Уобичајена лабораторијска опрема сматра се доступном.

- (1) Гасни хроматограф опремљен са аутоматским "хедспец" узимачем узорка или са опремом за мануално убризгавање узорка.
- (2) Детектор јонизације с пламеном или други детектори који се помињу у Глави VII.
- (3) Колона гасне хроматографије.
Колона мора дозвољавати раздвајање врхова зрака, VC и интерног стандарда, ако се користи.
Надаље, комбиновани систем из ст. (2) и (3) ове главе мора омогућити да је сигнал који се добије од раствора који садржи 0,005 mg VC/l ДМА или 0,005 mg VC/kg ДМА једнак најмање петострукој вриједности позадинског шума.
- (4) Цјевчице или флашице за узорке опремљене са силиконским или бутил гуменим септумима.
Кад се користе мануалне технике узорковања узимање узорка шприцом из "headspace" простора може узроковати формирање дјелимичног вакуума унутар цјевчице или флашице. Дакле, за мануалне технике гдје цјевчице нису под притиском прије узимања узорка, препоручује се употреба већих цјевчица.
- (5) Микро-шприце.
- (6) Херметичке шприце за "headspace" мануално узимање узорка.
- (7) Аналитичка вага са тачношћу до 0,1 mg.

ГЛАВА V - ПРОЦЕДУРА

УПОЗОРЕЊЕ: VC је опасна супстанца и налази се као гас при нормалној температури, тако да би раствор требало припремити у добро вентилираном дигестору.

Напомена:

Потребно је предузети сву неопходну пажњу како би се осигурало да не дође до губитка нимало VC или ДМА.

Када се користе мануалне технике узимања узорка потребно је примјењивати интерни стандард (Глава III став (3) овог анекса).

Када се примјењује интерни стандард, мора се користити исти раствор током читаве процедуре.

(1) Припрема стандардног раствора VC (раствор А)

a) Концентровани стандардни раствор VC од приближно 2 000 mg/kg

Са тачношћу до најближе 0,1 mg, извагати одговарајућу стаклену посуду и у њу ставити одређену количину (нпр. 50 ml) ДМА (Глава III став (2) овог анекса). Поново извагати. У ДМА додати одређену количину (нпр. 0,1 g) VC (Глава III став (1) овог анекса) у течном или гасном стању, лагано га убризгавајући у ДМА. VC се такође може додати тако што се удува у ДМА, под условом да се користи уређај који ће спријечити губитак ДМА. Поново извагати до најближе 0,1 mg. Оставити два сата како би се омогућило да се постигне еквилибриј. Ако се користи интерни стандард, додати интерни стандард тако да је концентрација интерног стандарда у концентрованом стандардном раствору VC иста као и у раствору интерног стандарда припремљеног у Глави III став (3) овог анекса. Стандардни раствор чувати у фрижидеру.

b) Припрема разблаженог стандардног раствора VC

Узети извагану количину концентрованог стандардног раствора VC (тачка а) овог става) и разблажити га, до познате запремине или познате тежине, са ДМА (Глава III став (2) овог анекса) или са раствором интерног стандарда (Глава III став (3) овог анекса). Концентрација резултирајућег разблаженог стандардног раствора изражава се у mg/l односно mg/kg.

ц) Припрема криве очишћавања са раствором А

Напомена:

Крива мора садржавати најмање седам пари тачака.

Поновљивост читавања⁽¹⁾ мора бити нижа од 0,002 mg VC/l или kg ДМА. Крива мора бити израчуната на основу ових тачака техником најмањих квадрата, тј. линија регресије мора бити израчуната коришћењем следеће једначине:

$$y = ax + a_0$$

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

и:

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

гдје је

y = висина или површина највиших тачака у било којем јединственом одређивању,

x = одговарајућа концентрација линије регресије,

n = број проведених одређивања (n ≥ 14),

крива мора бити линеарна, тј. стандардна девијација (s) разлика између измјерених читавања (y₁) и одговарајућих вриједности читавања које су израчунате с линије регресије (z₁) подијељено са средњом вриједношћу (y) свих измјерених читавања не смије прелазити 0,07:

$$\text{То се рачуна с помоћу: } \frac{s}{y} \leq 0,07$$

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

и:

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

y_i = свако појединачно измјерено читавање,

z_i = одговарајућа вриједност читавања (y_i) на израчунатој линији регресије,

n ≥ 14

Припремити двије серије од најмање седам цјевчица (Глава IV став (4) овог анекса). У сваку цјевчицу додати запремину разблаженог стандардног раствора (тачка б) овог става) и ДМА (Глава III став (2) овог анекса) или раствора интерног стандарда у ДМА (Глава III став (3) овог анекса) тако да коначна концентрација VC раствора дупликата буде приближно једнака 0; 0,005; 0,010; 0,020; 0,030; 0,040; 0,050, итд., mg/l или mg/kg ДМА и да све цјевчице садрже исту количину. Количина разблаженог стандардног раствора VC (тачка б) овог става) мора бити таква да је однос између укупне запремине (μl) доданог раствора VC и количине (g или ml) ДМА, или раствора интерног стандарда (Глава III

став (3) овог анекса) не прелази пет. Зачепити цјевчице и наставити како је описано у ставу (4) тач. б), ц) и е) ове главе. Направити графикон на којем вриједности ординате показују површину (или висину) највиших тачака VC раствора дупликата или однос ових површина (или висина) са релевантним највишим тачкама интерног стандарда а вриједности апсцисе показују концентрације VC раствора дупликата.

(2) Валидација припреме стандардних раствора добијених у ставу (1) ове главе.

а) Припрема другог стандардног раствора VC (раствор Б)

Поновити процедуру описану у ставу (1) тач. а) и б) ове главе да би се добио други стандардни раствор, у овом случају, концентрације приближно једнаке 0,02 mg VC/L или 0,02 mg VC/kg ДМА или раствора интерног стандарда. Додати овај раствор у двије цјевчице (Глава IV став (4) овог анекса). Херметички затворити флашице и наставити како је описано у ставу (4) тач. б), ц) и е) ове главе.

б) Валидација раствора А

Уколико се просјек два одређивања гасном хроматографијом који се односе на раствор Б (став (2) тачка а) ове главе) не разликује више од 5% у односу на одговарајућу тачку на кривој читавања добијене у ставу (1) тачки ц) ове главе, раствор А је валидиран. Уколико је разлика већа од 5%, одбијају се сви раствори добијени у ст. (1) и (2) ове главе и поновља поступак од почетка.

(3) Припрема адicione криве

Напомена:

Крива мора садржавати најмање седам пари тачака.

Крива мора бити израчуната на основу ових тачака техником најмањих квадрата (став (1) тачка ц) ове главе).

Крива мора бити линеарна, тј. стандардна девијација (s) разлика између измјерених читавања (y_1) и одговарајућих вриједности читавања које су израчунате са линије регресије (z_1) подијелено са средњом вриједношћу (y) свих измјерених читавања не смије прелазити 0,07 (став (1) тачка ц) ове главе).

а) Припрема узорка

Узорак хране која ће се анализирати мора одговарати храни која се даје на анализу. Храна мора бити измијешана или исјецкана на мале комаде и измијешана прије него што се узме узорак.

б) Посиујак

Припремити двије серије од најмање седам цјевчица (Глава IV став (4) овог анекса). У сваку цјевчицу додати количину, не мању од 5 г, узорка добијеног из хране која се испитује (тачка а) овог става). Осигурати да се једнака количина дода у сваку цјевчицу. Одмах затворити цјевчице. За сваки грам узорка у сваку цјевчицу додати 1 ml, по могућности дестиловане воде, или деминерализоване воде барем еквивалентне чистоће, или одговарајућег растварача ако је то потребно.

(Напомена: за хомогену храну није потребно додавати дестиловану или деминерализовану воду).

У сваку цјевчицу додати запремину разблаженог стандардног раствора VC (став (1) тачка б) ове главе), који садржи интерни стандард (Глава III став (3) овог анекса), ако се сматра корисним, тако да су концентрације VC додате у цјевчице једнаке 0; 0,005; 0,010; 0,020; 0,030; 0,040; 0,050, итд. mg/kg хране. Осигурати да је укупна запремина ДМА или ДМА који садржи раствор интерног стандарда (Глава III став (3) овог анекса) једнака у свакој цјевчици. Количина разблаженог стандардног раствора VC (став (1) тачка б) ове главе) и додатног ДМА тамо гдје је коришћен мора бити таква да је однос између укупне запремине (μ) тих раствора и количине (g) хране која се налази у цјевчици што је могуће нижи, али не смије бити већи од пет и мора бити исти у свим цјевчицама. Зачепити цјевчице и наставити како је описано у ставу (4) ове главе.

(4) Одређивања гасном хроматографијом

- а) Продрмати цјевчице избјегавајући контакт између садржане течности и септума (Глава IV став (4) овог анекса) како би се добило што је могуће хомогенизованији раствор или суспензија узорака хране.
- б) Ставити све затворене цјевчице (ст. (2) и (3) ове главе) у водену купку на два сата на $60 \pm 1^\circ\text{C}$ како би се омогућило да се достигне еквилибриј. Поново продрмати, по потреби.
- ц) Узети узорак из "headspace" простора у цјевчици. Када се користе мануелне технике узимања узорка, мора се обратити пажња да се добије репродуктиван узорак (види Главу IV став (4) овог анекса). Посебно, шприца се мора претходно загријати до температуре узорка. Измјерити површину (или висину) врхова који се односе на VC и на интерни стандард ако је био коришћен.
- д) Урадити графикон на којем вриједности ординате показују површину (или висину) највиших тачака VC раствора или однос ових површина (или висина) са релевантним највишим тачкама интерног стандарда а вриједности апсцисе показују количину додатог VC (mg) која се односи на количину одваганог узорка хране у свакој цјевчици (kg). Измјерити пресјек апсцисе на графику. Тако добијена вриједност је концентрација VC у узорку хране која се испитује.
- е) Одстранити са колоне (Глава IV став (3) овог анекса) вишак ДМА одговарајућом методом чим се врхови који проистичу од ДМА покажу на хроматограму.

ГЛАВА VI - РЕЗУЛТАТИ

VC који испуштају материјали и предмети у храну која се испитује изражен у mg/kg дефинише се као средња вриједност два одређивања (Глава V став (4) овог анекса) под условом да је испуњен критеријум поновљивости из Главе VIII.

ГЛАВА VII - ПОТВРДА VC

У случајевима када VC који испусте материјали и предмети у храну као што је израчунато на основу Главе VI, прелази критеријум из члана 2. став (2) овог правилника, вриједности које су добијене одређивањем оба узорка (Глава V став (4) овог анекса) морају бити потврђене на један од три начина:

- (i) користећи најмање још једну колону (Глава IV став (3) овог анекса) са стационарном фазом која има другачију поларност.
Ову процедуру потребно је наставити док се не добије хроматограм без доказа о преклапању врхова VC и/или интерног стандарда са састојцима узорка хране,
- (ii) користећи друге детекторе, нпр. микроелектролитски детектор кондуктивности,
- (iii) користећи масену спектрометрију, у овом случају, ако су молекуларни јони са изворним масама (m/e) од 62 и 64 присутни у односу 3:1, може се сматрати са високом вјероватноћом као потврда присуства VC. У случају дилеме, потребно је провјерити читави масени спектар.

ГЛАВА VIII - ПОНОВЉИВОСТ

Разлика између резултата два одређивања (Глава став (4) овог анекса) која исти аналитичар обави симултано или брзо један за другим на истом узорку, под истим условима, не смије прелазити 0,003 mg VC/kg хране.