

Decreto Ministeriale del 21/03/1973

Disciplina igienica degli imballaggi, recipienti, utensili, destinati a venire in contatto con le sostanze alimentari o con sostanze d'uso personale .

emanato/a da : **Ministro della Sanità**

e pubblicato/a su : **Gazz. Uff. Suppl. Ordin. n° 104 del 20/04/1973**

- § -

Art.5

comma 1: così modificato dall'art. 1 del D.M. 28 dicembre 1994, n. 735,

comma 2: sostituito dall'art. 1 del D.M. 26 aprile 1993, n. 220,

comma 3: sostituito dall'art. 1 del D.M. 26 aprile 1993, n. 220,

comma 4: aggiunto dall'art. 1 del D.M. 13 settembre 1975 successivamente così sostituito dall'art. 1 del D.M. 26 aprile 1993, n. 220,

comma 5: aggiunto dall'art. 1 del D.M. 28 ottobre 1994, n. 735,

comma 6: aggiunto dall'art. 1 del D.M. 28 ottobre 1994, n. 735,

comma 7: aggiunto dall'art. 1 del D.M. 28 marzo 2003, n. 123.

comma 8: aggiunto dall'art. 1 del D.M. 4 maggio 2006, n. 227.

Art.6: relativamente alla "*dichiarazione di conformità alle norme in vigore degli oggetti di vetro immessi al consumo*", si veda art. 3 del D.M. 3 agosto 1974. Si veda anche, art. 1 D.M. 18 febbraio 1984

Art.8: così sostituito dall'art. 1 del D.M. 2 dicembre 1980.

comma 1, lettera a): successivamente così sostituita dall'art. 1 del D.M. 25 giugno 1981.

Art.9: così sostituito dall'art. 2 del D.M. 26 aprile 1993, n. 220.

comma 1: così sostituito dall'art. 2 del D.M. 28 marzo 2003, n. 123,

comma 2: per la preparazione dei materiali e degli oggetti di cui al presente comma, si veda quanto disposto dall'art. 1, comma 3 del D.M. 15 giugno 2000, n. 210.

comma 2, lettera c): aggiunta dall'art. 1 del D.M. 4 maggio 2006, n. 227.

comma 4 bis: così aggiunto dall'art. 1 del D.M. 24 settembre 1996, n. 572.

Art.9 bis: inserito dall'art. 3 del D.M. 26 aprile 1993, n. 220.

comma 1: così modificato dall'art. 1 del D.M. 28 ottobre 1994, n. 735.

comma 2-bis: aggiunto dall'art. 1 del D.M. 4 maggio 2006, n. 227.

comma 3: così sostituito dall'art. 1 del D.M. 4 maggio 2006, n. 227.

Art.9 ter: inserito dall'art. 1 del D.M. 4 maggio 2006, n. 227.

Art.10: così sostituito dall'art. 4 del D.M. 26 aprile 1993, n. 220

Art. 11

ultimo comma: così aggiunto dall'art. 1 del D.M. 2 giugno 1982.

Art.12: le quantità di metalli di cui al presente articolo sono state dapprima sostituite dall'art. 1 del D.M. 24 settembre 1996, n. 572 e da ultimo dall'art. 2 del D.M. 22 luglio 1998, n. 338.

Art. 13-bis: aggiunto dall'art. 1 del D.M. 22 dicembre 2005, n. 299.

Art. 14 bis: inserito dall'art. 1 del D.M. 4 maggio 2006, n. 227.

Art.18: le quantità di metalli di cui al presente articolo sono state dapprima sostituite dall'art. 1 del D.M. 24 settembre 1996, n. 572 e da ultimo dall'art. 2 del D.M. 22 luglio 1998, n. 338.

Art.20: sostituito dall'art. 1 del D.M. 4 aprile 1985. Si segnala che le disposizioni previste dal presente articolo, si reputano ormai superate dal D.M. 1° luglio 1994, n. 556.

Art.21: sostituito dall'art. 1 del D.M. 4 aprile 1985. Si segnala che le disposizioni previste dal presente articolo, si reputano ormai superate dal D.M. 1° luglio 1994, n. 556.

Art.22: abrogato dall'art. 1 del D.M. 4 aprile 1985.

Art.23: sostituito dall'art. 1 del D.M. 4 aprile 1985. Si segnala che le disposizioni previste dal presente articolo, si reputano ormai superate dal D.M. 1° luglio 1994, n. 556

Art.24: abrogato dall'art. 5 del D.M. 1° luglio 1994, n. 556

Art.25: sostituito dall'art. 1 del D.M. 4 aprile 1985. Si segnala che le disposizioni previste dal presente articolo, si reputano ormai superate dal D.M. 1° luglio 1994, n. 556.

Art.26: abrogato dall'art. 1 del D.M. 4 aprile 1985.

Art.27

comma 1, lettere a) e b): così sostituite dall'art. 5 del D.M. 26 aprile 1993, n. 220.

Art.27 bis: così aggiunto dall'art. 1 del D.M. 18 gennaio 1991, n. 90, successivamente modificato dall'art. 1 del D.M. 15 luglio 1993, n. 322 e da ultimo dall'art. 1 del D.M. 24 febbraio 1995, n. 156.

Art.31:

comma terzo: dapprima aggiunto dall'art. 1 del D.M. 18 giugno 1979, successivamente indirettamente abrogato dall'art. 1 del D.M. 30 maggio 2001, n. 267 (che abroga l'art. 1 dello stesso D.M. 18 giugno 1979).

comma quarto: aggiunto dall'art. 1 del D.M. 30 maggio 2001, n. 267.

Art.33:

ultimo comma: così aggiunto dall'art. 2 del D.M. 18 giugno 1979.

Allegato I: così sostituito dall'art. 1 del D.M. 3 giugno 1994, n. 511.

Allegato II:

Sezione 1, parte A: così modificato da

- D.M. 13 settembre 1975,
- D.M. 18 giugno 1979,
- D.M. 2 dicembre 1980,
- D.M. 2 giugno 1982,
- D.M. 4 aprile 1985,
- D.M. 26 aprile 1993, n. 220.

Sezione 1, parte B: è stato sostituito dall'allegato I del D.M. 24 settembre 1996, n. 572 (quest'ultimo a sua volta come sostituito dall'allegato IV del D.M. 28 marzo 2003, n. 123.).

Successivamente il punto 1 e l'elenco delle sostanze sono stati così sostituiti dal D.M. 4 maggio 2006, n. 227.

Sezione 2, parte A: così modificato da

- D.M. 18 giugno 1979,
- D.M. 2 dicembre 1980,
- D.M. 2 giugno 1982.

Sezione 2, parte B: così modificato da

- D.M. 18 giugno 1979,
- D.M. 2 dicembre 1980,
- D.M. 2 giugno 1982
- D.M. 20 ottobre 1982,
- D.M. 4 aprile 1985,
- D.M. 26 aprile 1993, n. 220,
- D.M. 3 giugno 1994, n. 511,
- D.M. 24 settembre 1996, n. 572,
- D.M. 17 dicembre 1999, n. 538.
- D.M. 22 dicembre 2005, n. 299.

Sezione 3, parte A: così modificato da

- D.M. 13 settembre 1975,
- D.M. 18 giugno 1979,
- D.M. 2 dicembre 1980,
- D.M. 2 giugno 1982,
- D.M. 4 aprile 1985, si veda l'art. 5 del D.M. 1° luglio 1994, n. 556,
- D.M. 7 agosto 1987, n. 395, si veda D.M. 1° luglio 1994, n. 556.

Sezione 3, parte B: così modificato da

- D.M. 13 settembre 1975,
- D.M. 18 giugno 1979,
- D.M. 2 dicembre 1980,
- D.M. 2 giugno 1982,
- D.M. 4 aprile 1985, si veda l'art. 5 del D.M. 1° luglio 1994, n. 556,
- D.M. 7 agosto 1987, n. 395, si veda D.M. 1° luglio 1994, n. 556.

Sezione 3, parte C: così modificato da

- D.M. 18 giugno 1979,
- D.M. 2 dicembre 1980,
- D.M. 2 giugno 1982,
- D.M. 4 aprile 1985, si veda l'art. 5 del D.M. 1° luglio 1994, n. 556,
- D.M. 7 agosto 1987, n. 395, si veda D.M. 1° luglio 1994, n. 556.

Sezione 3, parte D: così modificato da

- D.M. 13 settembre 1975,
- D.M. 18 giugno 1979,
- D.M. 2 dicembre 1980,
- D.M. 2 giugno 1982,
- D.M. 4 aprile 1985, si veda l'art.5 del D.M. 1° luglio 1994, n. 556,
- D.M. 7 agosto 1987, n. 395, si veda D.M. 1° luglio 1994, n. 556.

Sezione 4, parte A: così modificato da

- D.M. 18 giugno 1979,
- D.M. 2 dicembre 1980,
- D.M. 2 giugno 1982,
- D.M. 26 aprile 1993, n. 220,
- D.M. 6 febbraio 1997, n. 91,
- D.M. 1° dicembre 2000, n. 411.

Sezione 4, parte B: così modificato da

- D.M. 18 giugno 1979,
- D.M. 2 dicembre 1980,
- D.M. 2 giugno 1982,
- D.M. 7 agosto 1987, n. 395,
- D.M. 15 luglio 1993, n. 322,
- D.M. 24 febbraio 1995, n. 156,
- D.M. 24 settembre 1996, n. 572.

Sezione 6: così modificato da

- D.M. 2 giugno 1982,
- D.M. 4 aprile 1985,
- D.M. 7 agosto 1987, n. 395,
- D.M. 30 ottobre 1991, n. 408,
- D.M. 6 febbraio 1997, n. 91,
- D.M. 4 agosto 1999, n. 322.

Allegato III: così sostituito dall'allegato II del D.M. 26 aprile 1993, n. 220.

Allegato IV,

Sezione 1: da ultimo così sostituito dall'allegato III del D.M. 26 aprile 1993, n. 220, successivamente modificato da

- D.M. 24 settembre 1996, n. 572,

- D.M. 28 marzo 2003, n.123.
- D.M. 22 dicembre 2005, n. 299.

Sezione 2: così modificato da

- D.M. 18 giugno 1979,
- D.M. 2 dicembre 1980,
- D.M. 25 giugno 1981,
- D.M. 2 giugno 1982,
- D.M. 4 aprile 1985,
- D.M. 7 agosto 1987, n. 395.

Sezione 3: così modificato da

- D.M. 25 giugno 1981,
- D.M. 24 settembre 1996, n. 572.

Sezione 4: così modificato da

- D.M. 22 luglio 1998, n. 338.

Sezione 6: così modificato da

- D.M. 18 giugno 1979, a sua volta modificato dal D.M. 30 maggio 2001, n. 267
- D.M. 18 gennaio 1991, n. 90.

Allegato V: aggiunto dall'art. 1 del D.M. 22 dicembre 2005, n. 299.

- § -

TESTO

IL MINISTRO PER LA SANITA'

Vista la legge 13 marzo 1958, n. 296;

Visto l'art. 11 della legge 30 aprile 1962, n. 283;

Visto il proprio decreto in data 15 aprile 1966;

Visti i propri decreti in data 9 marzo 1968, 10 luglio 1969 e 9 giugno 1971;

Visto il proprio decreto in data 24 maggio 1969;

Considerata la necessità di provvedere ad una organica disciplina normativa dei diversi tipi di materiali destinati a venire in contatto con gli alimenti o con sostanze d'uso personale;

Sentito il Consiglio superiore di sanità;

Decreta:

TITOLO I - Disposizioni generali

Art. 1.

Con il presente decreto vengono stabilite le norme relative all'autorizzazione ed al controllo dell'idoneità degli oggetti preparati con materiali diversi e destinati a venire in contatto con sostanze alimentari o con sostanze d'uso personale.

Art. 2.

Ai fini del presente decreto con il termine: «oggetti» si intendono laminati, pellicole, contenitori, recipienti, utensili, fogli, vernici, impianti, apparecchiature, strumenti di produzione, di immagazzinaggio, di trasporto o di condizionamento ed altri manufatti vari allo stato di oggetti finiti pronti per l'impiego.

«Alimenti» si intendono tutte le sostanze commestibili, solide o liquide, di origine animale, vegetale o minerale, che possono essere ingerite dall'uomo allo stato naturale, o lavorate, o trasformate o miscelate, compresi i preparati da masticare, come il «chewing gum» ed analoghi.

Art. 3.

Le norme del presente decreto si applicano ai materiali espressamente indicati negli articoli seguenti e nei rispettivi allegati, che fanno parte integrante del decreto stesso.

Gli oggetti destinati a venire in contatto con alimenti possono essere preparati esclusivamente con i costituenti indicati, per i diversi tipi di materiali, nell'allegato II, nelle condizioni, limitazioni e tolleranze di impiego precisate.

Art. 4.

L'inclusione nelle liste positive, previste dall'Allegato II di costituenti diversi da quelli in esse riportati è subordinata ad accertamento della loro idoneità da parte del Ministero della sanità.

A tale scopo gli interessati devono fornire gli elementi di valutazione necessari sulla base del protocollo di guida di cui all'Allegato I o delle eventuali istruzioni che saranno impartite dal Ministero della sanità.

Art. 5.

Salvo diverse indicazioni particolari riportate per i singoli materiali ed oggetti nel titolo II, i materiali e gli oggetti non devono cedere i loro costituenti ai prodotti alimentari o ai simulanti dei prodotti alimentari in quantità superiori a 8 mg per decimetro quadrato (mg/dm²) di superficie del materiale o dell'oggetto (limite globale di migrazione). Tuttavia, tale limite è pari a 50 mg di sostanza ceduta per chilogrammo di prodotto alimentare (mg/kg) nei seguenti casi:

- a) oggetti che siano recipienti o siano assimilabili a recipienti o che possano essere riempiti, di capacità non inferiore a 500 ml e non superiore a 10 l;
- b) oggetti che possono essere riempiti ma dei quali non è possibile determinare l'area della superficie di contatto con il prodotto alimentare;
- c) coperchi, guarnizioni, tappi o altri dispositivi di chiusura simili.

Gli stessi criteri di espressione dei risultati si applicano per il controllo dell'osservanza dei limiti di cessione specifica eventualmente indicati.

Nel caso di accoppiati o di altri materiali complessi, deve corrispondere alle condizioni e caratteristiche del presente decreto lo strato che viene a contatto diretto con gli alimenti, sempreché tale strato espliciti la funzione di barriera capace di impedire, per permeabilità o altra causa, la migrazione di costituenti dei materiali non a contatto diretto con l'alimento, e ciò risulti alle prove di cessione indicate nell'allegato IV. Il controllo dei limiti di migrazione specifici non è obbligatorio qualora si possa accertare che, assumendo una completa migrazione della sostanza residua nel materiale o oggetto, essa non possa superare il limite specifico di migrazione.

Il controllo del rispetto dei limiti di migrazione nei prodotti alimentari è eseguito nelle peggiori condizioni di durata e temperatura prevedibili per l'uso.

La verifica del rispetto dei limiti di migrazione specifica prevista al paragrafo 1 può essere garantita dalla determinazione della quantità di una sostanza nel materiale o nell'oggetto finito, a patto che sia stata definita una relazione tra tale quantità ed il valore della migrazione specifica della sostanza attraverso una sperimentazione adeguata oppure per mezzo dell'applicazione di modelli di diffusione universalmente riconosciuti e basati su prove scientifiche. Per dimostrare la non conformità di un materiale o di un articolo è obbligatoria la conferma per via sperimentale del valore di migrazione stimato.

La verifica del rispetto dei limiti di migrazione specifica di cui al paragrafo 1 non è obbligatoria qualora il valore della determinazione della migrazione globale non comporti il superamento dei limiti di migrazione specifica di cui allo stesso paragrafo.

Art. 6.

Le imprese che producono oggetti destinati a venire in contatto con sostanze alimentari e preparati con le sostanze di cui al presente decreto sono tenute a controllarne la rispondenza alle norme ad essi applicabili ed a dimostrare in ogni momento di aver adeguatamente provveduto ai controlli ed accertamenti necessari.

Ogni partita deve essere corredata da dichiarazione del produttore attestante che gli oggetti di cui al comma precedente sono conformi alle norme vigenti.

Art. 7.

L'utilizzazione, in sede industriale o commerciale, di oggetti disciplinati dal presente decreto è subordinata all'accertamento della loro conformità alle norme vigenti nonché della idoneità tecnologica allo scopo cui sono destinati.

L'impresa dovrà essere pertanto fornita della dichiarazione di conformità rilasciata dal produttore, di cui all'articolo precedente, ed essere sempre in grado di consentire all'autorità sanitaria di identificare il fornitore o il produttore dell'oggetto impiegato.

Art. 8.

I materiali e gli oggetti non ancora entrati in contatto con i prodotti alimentari devono, salvo deroghe, essere corredati, all'atto della loro commercializzazione, dalle seguenti indicazioni:

- a) la denominazione «per alimenti», ovvero una menzione specifica circa il loro uso, come ad esempio, «macchina da caffè», «bottiglia per vino», «cucchiaino per minestra», ovvero il simbolo riportato nell'allegato I al presente decreto ;
- b) l'eventuale indicazione delle condizioni particolari che devono essere rispettate al momento del loro impiego;
- c) il nome, o la ragione sociale, e l'indirizzo, o la sede sociale, ovvero il marchio depositato del fabbricante o del trasformatore o di un venditore stabilito all'interno della Comunità economica europea.

Le indicazioni previste dal comma precedente devono essere scritte in modo visibile, chiaramente leggibile ed indelebile:

- a) al momento della vendita al consumatore, sui materiali e sugli oggetti o sugli imballaggi oppure su etichette apposte sui materiali e sugli oggetti o sui loro imballaggi, oppure su cartelli indicatori chiaramente visibili ai clienti, posti nelle immediate vicinanze dei materiali e degli oggetti; tuttavia, nel caso della menzione di cui al comma precedente, lettera c), l'apposizione su detti cartelli indicatori è ammessa soltanto se non può essere realizzata sui materiali ed oggetti o sull'etichetta per motivi tecnici, nella fase di fabbricazione e in quella di commercializzazione;
- b) nelle fasi della commercializzazione diverse dalla vendita al consumatore, sui documenti di accompagnamento, ovvero sulle etichette o sugli imballaggi, ovvero sui materiali e sugli oggetti stessi.

Le indicazioni di cui al primo comma, lettere a) e b), sono riservate ai materiali ed agli oggetti conformi alle disposizioni vigenti in Italia.

E' vietato il commercio al dettaglio dei materiali e degli oggetti, qualora le indicazioni di cui al primo comma, lettere a) e b), non figurino sulle etichette, sugli imballaggi, sui cartelli indicatori o sui documenti di accompagnamento nella lingua nazionale .

TITOLO II - Disposizioni riguardanti i singoli materiali

Capo I - Oggetti di materie plastiche

Art. 9.

1. Per materia plastica si intende il composto macromolecolare organico ottenuto per polimerizzazione, policondensazione, poliaddizione o qualsiasi altro procedimento simile da molecole di peso molecolare inferiore ovvero per modifica chimica di macromolecole naturali. A questi composti macromolecolari possono essere aggiunte altre sostanze

2. Per la preparazione di materiali ed oggetti, costituiti esclusivamente di materia plastica o composti da due o più strati - ognuno dei quali è costituito esclusivamente di materia plastica - fissati fra loro mediante adesivi o con qualunque altro mezzo, possono essere impiegati esclusivamente:

- a) i monomeri e le altre sostanze di partenza indicate nell'allegato I, sezioni A e B, del presente decreto alle condizioni e limitazioni eventualmente indicate per le singole voci;
- b) gli additivi riportati nell'allegato II, sezione I, parte B del decreto ministeriale 21 marzo 1973 alle condizioni e limitazioni di impiego eventualmente indicate per le singole voci.
- c) gli additivi di cui alla lettera b) consentiti come additivi alimentari di cui al decreto ministeriale 27 febbraio 1996, n. 209, o ammessi come aromi ai sensi del decreto legislativo 25 gennaio 1992, n. 107, non devono migrare:
 - 1) nei prodotti alimentari finiti in quantità tale da svolgere una funzione tecnologica;
 - 2) nei prodotti alimentari in cui sono ammessi come additivi alimentari o aromi in quantità superiori alle restrizioni piu' basse loro applicabili;
 - 3) nei prodotti alimentari in cui non sono ammessi come additivi alimentari o aromi in quantità superiori alle restrizioni di cui all'allegato III del presente regolamento.

3. Per quanto riguarda i composti a basso peso molecolare, gli intermedi, i catalizzatori, i solventi e gli agenti emulsionanti utilizzati nella preparazione dei materiali e degli oggetti di cui al comma 1 si applicano le disposizioni dell'art. 10.

4. Le resine e gli additivi riportati nell'allegato II, sezione I, parti A e B, del D.M. 21 marzo 1973, modificato per ultimo con il D.M. 30 ottobre 1991, n. 408, possono essere impiegati, alle condizioni e con le limitazioni ivi previste per la produzione di:

- rivestimenti superficiali, applicati su materiali diversi da quelli di cui al comma 1, ottenuti da prodotti resinosi o polimerizzati sotto forma di liquidi, polveri o dispersioni quali vernici, lacche, pitture, ecc.;

- siliconi;

- resine epossidiche;

- materiali e oggetti composti di due o più strati, di cui quello destinato al contatto diretto con i prodotti alimentari è costituito di materia plastica e almeno uno strato non è costituito esclusivamente di materia plastica .

4-bis. Le condizioni, limitazioni e tolleranze di impiego di cui all'allegato I, sezioni A e B, si applicano anche alle

resine di cui al precedente comma 4 .

Art. 9 bis.

1. I materiali e gli oggetti di cui all'art. 9, comma 2, non devono cedere i loro costituenti ai prodotti alimentari o ai simulanti dei prodotti alimentari in quantità superiori a 10 mg per decimetro quadrato (mg/dm²) di superficie del materiale o dell'oggetto (limite globale di migrazione); tale limite è di 60 mg/kg di prodotto alimentare (mg/kg) nei seguenti casi:

- a) oggetti che siano recipienti o siano assimilabili a recipienti o che possano essere riempiti, di capacità non inferiore a 500 ml e non superiore a 10 l;
- b) oggetti che possono essere riempiti ma dei quali non è possibile determinare l'area della superficie di contatto con il prodotto alimentare;
- c) coperchi, guarnizioni, tappi o altri dispositivi di chiusura simili.

2. I limiti di migrazione specifica riportati nell'allegato I del presente decreto sono espressi in mg/kg. Tali limiti sono espressi in mg/dm² nei seguenti casi:

- a) oggetti che siano recipienti o siano assimilabili a recipienti che possono essere riempiti, di capacità inferiore a 500 ml o superiore a 10 l;
- b) fogli, pellicole o altri articoli che non possono essere riempiti o per i quali non sia possibile valutare il rapporto tra l'area della superficie di tali oggetti e la quantità di prodotti alimentari a contatto.

In tali casi, i limiti indicati nell'allegato I, espressi in mg/kg, vanno divisi per il fattore di conversione convenzionale 6 per poterli esprimere in mg/dm².

2-bis. I limiti di cui al comma 2 si applicano anche alle sostanze riportate nell'allegato II, Sezione I, parte B.

3. I limiti di cui ai commi 1, 2 e 2-bis si applicano anche ai materiali ed oggetti di cui al comma 4 dell'articolo 9.

Art. 9-ter.

1. Nelle fasi della commercializzazione diverse dalla vendita al dettaglio i materiali ed oggetti di materia plastica destinati ad essere posti a contatto con i prodotti alimentari e contenenti gli additivi di cui all'articolo 9, comma 2, lettera c) devono essere accompagnati da una dichiarazione scritta che fornisca, per le sostanze soggette a restrizioni nei prodotti alimentari, informazioni adeguate, ottenute da dati sperimentali o da calcoli teorici sul livello di migrazione specifica, criteri di purezza a norma dei decreti ministeriali 27 febbraio 1996, n. 209, 27 novembre 1996, n. 684 e 23 luglio 2003, onde consentire agli utilizzatori di tali materiali ed oggetti di rispettare le disposizioni sui prodotti alimentari.

Art. 10.

1. Le resine di cui all'allegato II, sezione 1 devono rispondere ai saggi indicati nell'allegato IV, sezione 2 e sezione 3, e comunque non devono cedere sostanze ritenute nocive alla salute, come taluni monomeri, composti a basso peso molecolare, intermedi, catalizzatori, solventi, agenti emulsionanti .

Art. 11.

L'idoneità degli oggetti in materie plastiche deve essere accertata:

per quanto riguarda la migrazione globale, con le modalità indicate nella sezione 1 dell'Allegato IV;

per quanto riguarda la migrazione specifica di particolari costituenti, ove previsto, con le modalità indicate nella sezione 2 dell'Allegato IV;

per quanto riguarda la migrazione di coadiuvanti tecnologici di lavorazione, con le modalità indicate nella sezione 3 dell'allegato IV;

per quanto riguarda la migrazione di coloranti, con le modalità indicate nella sezione 7 dell'Allegato IV.

Nel caso di oggetti che possono essere impiegati in contatto con qualsiasi tipo di alimenti indicato nell'Allegato III ed in qualsiasi condizione di durata e di temperatura tra quelle previste nella sezione I dell'Allegato IV, la valutazione di idoneità può essere basata sulle prove di cessione con i solventi simulanti ivi indicati, a 40 °C per 10 giorni e a 80 °C per 2 ore, in quanto ritenute più severe.

Chi effettua l'accoppiamento di pellicole di materia plastica con altre pellicole di materia plastica o con altri materiali per la preparazione di materiali di imballaggio disciplinati dal presente decreto è tenuto ad accertarsi che la pellicola a diretto contatto con gli alimenti risponda alle condizioni e caratteristiche per essa previste dal presente decreto e ad impiegare, ove necessario, gli adesivi indicati nella parte D della sezione 3 dell'allegato II .

Art. 12.

Per la colorazione degli oggetti di materie plastiche si possono utilizzare tutti i coloranti purché essi non vengano ceduti all'alimento e non contengano metalli in quantità superiori alle seguenti percentuali:

Piombo	0,01%	solubile in HCl	N/10
Arsenico	0,005%	"	" " "

Antimonio	0,05%	"	"	"	"
Mercurio	0,005%	"	"	"	"
Cadmio	0,01%	"	"	"	"
Cromo	0,1%	"	"	"	"
Selenio	0,01%	"	"	"	"
Bario	0,01%	"	"	"	"

Il tenore in ammine aromatiche primarie libere non deve essere superiore allo 0,05%.

Il controllo della migrazione dei coloranti si effettua con le modalità indicate nella sezione 7 dell'Allegato IV .

Art. 13.

E' vietato impiegare per la preparazione di oggetti in materia plastica destinati a venire in contatto con alimenti, materie plastiche di scarto ed oggetti di materiale plastico già utilizzati.

Art. 13-bis.

1. In deroga a quanto stabilito all'articolo 13 e' consentita la produzione di cassette in polipropilene e polietilene ad alta densita' a condizione che:

a) il materiale o le cassette di recupero siano costituiti da materie plastiche originariamente idonee al contatto con gli alimenti ai sensi di quanto stabilito dal presente decreto;

b) il materiale o le cassette di cui alla lettera a) non siano venuti a contatto con sostanze diverse dagli alimenti.

2. Le cassette di cui al comma 1 possono venire a contatto, limitatamente al settore ortofrutticolo, con i prodotti alimentari riportati nell'allegato V.

3. Le disposizioni di cui ai commi 1 e 2 non si applicano alle cassette legalmente prodotte e/o commercializzate in un altro Stato dell'Unione europea e a quelli originari dei Paesi contraenti dell'accordo sullo spazio economico europeo, nonché della Turchia.

Art. 14.

Le norme contenute nel presente decreto non si applicano alle tubazioni di materie plastiche destinate alla conduzione di acqua potabile e di acqua minerale.

Art. 14-bis.

1. Chiunque sia interessato a che una sostanza riportata nell'allegato II - Sezione 1: parte B, venga inserita nell'elenco comunitario deve presentare una richiesta ai sensi dell'art. 9 del regolamento n. 1935/2004, entro il 31 dicembre 2006

Capo II - Oggetti di gomma

Art. 15.

Per la preparazione di oggetti di gomma disciplinati dal presente decreto possono essere impiegati esclusivamente i polimeri e gli additivi indicati nella sezione 2 dell'Allegato II, nelle condizioni, limitazioni e tolleranze d'impiego eventualmente indicate per le singole voci e negli articoli seguenti.

Art. 16.

I polimeri da impiegare per la preparazione di oggetti di gomma devono rispondere ai saggi indicati nell'Allegato IV, sezione 2 e sezione 3, e comunque non devono cedere sostanze ritenute nocive alla salute, come taluni monomeri, composti a basso peso molecolare, intermedi, catalizzatori, solventi, agenti emulsionanti.

Art. 17.

L'idoneità degli oggetti di gomma deve essere accertata:

per quanto riguarda la migrazione globale, con le modalità indicate nella sezione 1 dell'Allegato IV;

per quanto riguarda la migrazione di coadiuvanti tecnologici di lavorazione, con le modalità indicate nella sezione 3 dell'Allegato IV;

per quanto riguarda la migrazione di coloranti, con le modalità indicate nella sezione 7 dell'allegato IV.

Nel caso di oggetti che possono essere impiegati in contatto con qualsiasi tipo di alimenti indicato nell'allegato III ed in qualsiasi condizione di durata e di temperatura tra quelle previste nella sezione 1 dell'Allegato IV, la valutazione di idoneità può essere basata sulle prove di cessione, con i solventi simulanti ivi indicati, a 40 °C per 10 giorni e a 80 °C per 2 ore, in quanto ritenute più severe.

Art. 18.

Per la colorazione degli oggetti di gomma si possono utilizzare tutti i coloranti purché essi non vengano ceduti

all'alimento e non contengano metalli in quantità superiori alle seguenti percentuali:

Piombo	0,01%	solubile in HCl	N/10
Arsenico	0,005%	"	"
Antimonio	0,05%	"	"
Mercurio	0,005%	"	"
Cadmio	0,01%	"	"
Cromo	0,1%	"	"
Selenio	0,01%	"	"
Bario	0,01%	"	"

Il tenore in ammine aromatiche primarie libere non deve essere superiore allo 0,05%.

Il controllo della migrazione dei coloranti si effettua con le modalità indicate nella sezione 7 dell'Allegato IV.

Art. 19.

E' vietato impiegare per la preparazione di oggetti di gomma disciplinati dal presente decreto gomme di scarto ed oggetti di gomma già utilizzati.

Capo III - Oggetti di cellulosa rigenerata

Art. 20.

Per pellicola di cellulosa rigenerata si intende un foglio sottile prodotto a partire da cellulosa raffinata ottenuta da legno o cotone non riciclati. Per esigenze tecnologiche si possono incorporare nella massa, o in superficie, determinate sostanze. La pellicola di cellulosa rigenerata può essere ricoperta di vernice su uno o in entrambi i lati.

Art. 21.

Le disposizioni del presente capo si applicano alle pellicole di cellulosa rigenerata conformi alla definizione riportata nell'art. 20 che come prodotti finiti, oppure come parte di prodotti finiti composti di altri materiali, sono poste a contatto o sono destinate ad essere messe a contatto con i prodotti alimentari, conformemente alla loro destinazione.

Nella produzione di pellicole di cellulosa rigenerata destinate a venire a contatto con gli alimenti possono essere impiegate soltanto le sostanze o i gruppi di sostanze elencate nell'allegato ed unicamente alle condizioni ivi previste. Le pellicole di cellulosa rigenerata ricoperte, sul lato che è destinato a venire a contatto o che viene a contatto dei prodotti alimentari, conformemente alla loro destinazione, di una quantità di vernice superiore a 50 mg/dm² sono ammesse all'impiego in contatto con gli alimenti a condizione che siano rispondenti alle norme vigenti per le materie plastiche.

I budelli sintetici di cellulosa rigenerata sono ammessi all'impiego in contatto con gli alimenti a condizione che siano formati esclusivamente di cellulosa rigenerata plastificata con glicerina.

Prima dell'uso tali budelli devono essere lavati in maniera che il contenuto massimo di glicerina non superi il 13%

Art. 22.

[Chi effettui l'accoppiamento di pellicole di cellulosa rigenerata di cui ai punti a) e b) del primo comma dell'art. 20, per la preparazione di materiali di imballaggio di cui ai punti c) e d) dell'articolo stesso, è tenuto ad accertarsi che la pellicola di cellulosa rigenerata usata a diretto contatto con gli alimenti risponda alle condizioni e caratteristiche per essa previste dal presente decreto e ad impiegare gli adesivi di cui alla sezione 3 dell'Allegato II] .

Art. 23.

Per l'accoppiamento di pellicole di cellulosa rigenerata verniciate e non verniciate, con se stesse e con altri materiali, si possono usare, quali adesivi, sostanze diverse da quelle riportate nell'allegato II, sezione 3-bis, allegato al presente decreto, a condizione che non vi sia traccia di migrazione di dette sostanze all'interno o sulla superficie di prodotti alimentari .

Art. 24.

[Per la colorazione degli imballaggi fabbricati utilizzando le pellicole di cellulosa rigenerata disciplinate dal presente decreto, sono confermate le disposizioni di cui alla sezione C del decreto ministeriale 22 dicembre 1967 sulla «disciplina dell'impiego e approvazione dell'elenco delle materie coloranti autorizzate nella lavorazione delle sostanze alimentari, delle carte e degli imballaggi di sostanze alimentari, degli oggetti d'uso personale e domestico». Ove la colorazione sia attuata a mezzo stampa, questa non può essere effettuata sui lati a contatto con l'alimento]

Art. 25.

La superficie stampata delle pellicole di cellulosa rigenerata non deve venire a contatto con i prodotti alimentari

Art. 26.

[Le pellicole di cellulosa rigenerata comunque non rispondenti alle norme stabilite nella sezione 3 sono ammesse all'impiego in contatto con alimenti subordinatamente all'osservanza delle norme stabilite nel Capo I del presente titolo]

Capo IV - Oggetti di carta e cartone

Art. 27.

Le carte e i cartoni disciplinati dal presente decreto possono da soli o accoppiati tra di loro o con altri materiali, o trasformati in imballaggi, essere adoperati a contatto diretto degli alimenti quando, fabbricati secondo buona tecnica industriale, rispondano alle seguenti caratteristiche:

a) nel caso di imballaggi per alimenti per i quali siano previste prove di migrazione: siano costituiti da almeno il 75 per cento di materie fibrose, al massimo il 10 per cento di sostanze di carica, al massimo il 15 per cento di sostanze ausiliarie ;

b) nel caso di imballaggi per alimenti per i quali non sono previste prove di migrazione: siano costituiti da almeno il 60 per cento di materie fibrose, al massimo il 25 per cento di sostanze di carica, al massimo il 15 per cento di sostanze ausiliarie .

Tutte le percentuali suddette, si intendono riferite alla sostanza secca.

E' ammessa la presenza, in quantità di tracce, secondo buona tecnica industriale, di coadiuvanti tecnologici di lavorazione con funzione di reattivi, agenti di dispersione, flottazione e drenaggio, agenti antischiuma e antilimo.

Le materie fibrose, le sostanze di carica, le sostanze ausiliarie, i coadiuvanti tecnologici di lavorazione che possono essere impiegati ai sensi dei commi precedenti del presente articolo sono indicati nella sezione 4 dell'Allegato II.

Art. 27 bis.

1. I contenitori formati da cartoni multistrati a grammatura minima di 200 g/m² e costituiti da almeno tre strati di cui:

- uno strato detto «copertura», che può essere patinato e stampato;

- uno strato intermedio detto «centro»;

- uno strato detto «retro», destinato al contatto diretto con l'alimento,

possono essere utilizzati per l'imballaggio a livello industriale delle seguenti categorie di alimenti:

- cereali secchi allo stato originario e sotto forma di farine e semole;

- paste alimentari non fresche;

- prodotti della panetteria secca non aventi sostanze grasse in superficie;

- legumi secchi o disidratati, interi o sotto forma di farina o di polvere;

- legumi freschi con baccello;

- frutta secca con guscio;

- frutta fresca fornita di tegumento esterno protettivo;

- zuccheri sotto forma solida;

- sale da cucina o da tavola;

- cereali tostati, camomilla, tè ed erbe infusionali .

2. Le norme del decreto ministeriale 21 marzo 1973, e successive modifiche, si applicano, per quanto riguarda il piombo, soltanto allo strato destinato al contatto diretto con l'alimento, sopra definito «retro».

3. Lo strato a contatto deve avere una grammatura minima di 35 g/m².

4. La determinazione della grammatura di cui al precedente comma 3, deve essere effettuata con il metodo di analisi allegato che viene inserito come punto 6, nell'allegato IV, sezione 6 Controllo analitico della composizione delle carte e dei cartoni, del decreto ministeriale 21 marzo 1973 .

Art. 28.

Il controllo analitico dell'idoneità all'impiego delle carte e dei cartoni di cui al precedente articolo viene effettuato secondo le modalità indicate nella sezione 6 dell'Allegato IV.

Art. 29.

Chi effettui l'accoppiamento di carte e cartoni con altre carte e cartoni o con altri materiali per la preparazione di materiali di imballaggi disciplinati dal presente decreto, è tenuto ad accertarsi che le carte e i cartoni usati a diretto contatto con gli alimenti rispondano alle condizioni e caratteristiche per essi previste dal presente decreto e ad impiegare gli adesivi indicati nella parte D della sezione 3 dell'Allegato II.

Art. 30.

Al fine di assicurare l'adesione dei bordi delle carte e dei cartoni, in sede di produzione di imballaggi finiti, è consentito l'impiego di collanti composti anche di sostanze diverse da quelle previste dal presente decreto a condizione che non si abbia alcuna fuoriuscita di essi dai bordi sul lato destinato a venire in contatto con alimenti.

Art. 31.

Per la colorazione delle carte e dei cartoni e degli imballaggi con essi fabbricati, sono confermate le disposizioni di cui alla sezione C del decreto ministeriale 22 dicembre 1967 sulla «Disciplina dell'impiego e approvazione dell'elenco delle materie coloranti autorizzate nella lavorazione delle sostanze alimentari, delle carte e degli imballaggi delle sostanze alimentari, degli oggetti di uso personale e domestico».

Ove la colorazione sia attuata a mezzo stampa, questa non può essere effettuata sul lato a contatto con l'alimento.

[E' vietata l'aggiunta di imbiancanti ottici nella preparazione di carte e cartoni disciplinati dal presente decreto. Sulle carte e sui cartoni preparati secondo buona tecnica industriale, sottoposti come tali all'osservazione alla luce ultravioletta, è tollerata una leggera fluorescenza localizzata o diffusa, dovuta alla presenza di tracce residue di sostanze fluorescenti. In ogni caso, le carte ed i cartoni, esaminati con il metodo indicato nell'allegato IV - sezione 6 - punto 5.1. non devono mostrare cessione di sostanze fluorescenti .]

E' consentita l'aggiunta degli imbiancanti ottici riportati nell'allegato 1 al presente decreto, che viene inserito come punto "4 Imbiancanti ottici all'allegato II - Sezione 4: carte e cartoni, parte A del decreto ministeriale 21 marzo 1973, modificato da ultimo dal decreto 1° dicembre 2000, n. 411, in quantità non superiore allo 0,3% p/p, calcolato sul secco, singolarmente o insieme.

[(N.d.R. nell'ultimo coma è evidente la "svista" del legislatore, dovrebbe leggersi infatti: E' consentita l'aggiunta degli imbiancanti ottici riportati al punto "4 Imbiancanti ottici dell'allegato II - Sezione 4: carte e cartoni, parte A al presente decreto, in quantità.....)]

Art. 32.

Con le modalità precisate dall'art. 8, per le carte e i cartoni disciplinati dal presente decreto deve essere indicato anche il lato destinato a venire in contatto con gli alimenti; ove tale indicazione manchi, ambedue le facce devono rispondere alle disposizioni vigenti.

Ai fini dell'indicazione di cui sopra, nel caso di stampa, si presume come lato destinato a venire a contatto con gli alimenti quello che non permette una corretta lettura della stampa.

Art. 33.

Le carte e i cartoni comunque non rispondenti alle norme specifiche precisate nel presente capo IV sono ammesse all'impiego in contatto con alimenti subordinatamente all'osservanza delle norme previste nel capo I del presente titolo.

Le carte ed i cartoni e gli oggetti con essi formati, paraffinati sul lato in contatto diretto con gli alimenti, con un contenuto di paraffina maggiore di quello previsto dall'allegato II, sezione 4, del decreto ministeriale 21 marzo 1973, possono essere utilizzati esclusivamente come carte da banco e come contenitori di alimenti refrigerati, congelati o surgelati. Le carte, i cartoni e gli oggetti suddetti non vengono sottoposti a prove di migrazione, a condizione che la carta e la paraffina o cera microcristallina rispondano alle caratteristiche rispettivamente indicate dal decreto ministeriale 21 marzo 1973, e successivi aggiornamenti .

Capo V - Oggetti di vetro

Art. 34.

Gli oggetti in vetro destinati a venire in contatto con gli alimenti e disciplinati dal presente decreto possono essere separati esclusivamente con le categorie di vetro indicate nella sezione 5 dell'Allegato II, nelle condizioni, limitazioni e tolleranze d'impiego previste in detto allegato per ciascuna di esse.

Art. 35.

L'idoneità degli oggetti in vetro a venire in contatto con gli alimenti deve essere accertata:

per quanto riguarda la migrazione globale, con le modalità indicate nella sezione 1 dell'Allegato IV;

per quanto riguarda la migrazione specifica del piombo, ove richiesto, con le modalità indicate nella sezione 2, punto 4 dell'Allegato IV.

Nel caso di oggetti di uso ripetuto, la determinazione della migrazione globale o della migrazione specifica viene effettuata con tre «attacchi» successivi di uguale durata, sul liquido di cessione proveniente dal terzo «attacco».

Nel caso di oggetti che possono essere impiegati in contatto con qualsiasi tipo di alimenti, la valutazione di idoneità può essere basata, per le diverse categorie di vetro, sulle seguenti prove di cessione, in quanto ritenute più severe tra quelle previste nella sezione 1 dell'Allegato IV:

per oggetti di vetro della categoria A: contatto con acqua distillata a 120 °C per 30 minuti, con determinazione della migrazione globale;

per oggetti in vetro della categoria B: contatto con acqua distillata a 80 °C per 2 ore, con determinazione della migrazione globale;

per oggetti in vetro della categoria C:

a) tre prove di contatto successivo con acqua distillata, ciascuna a 40 °C per 24 ore, con determinazione della migrazione globale sul liquido di cessione proveniente dal terzo «attacco»;

b) tre prove di contatto successivo con soluzione acquosa di acido acetico al 3 per cento, ciascuna a 40 °C per 24 ore, con determinazione specifica del piombo sul liquido di cessione proveniente dal terzo «attacco».

Capo VI - Oggetti di acciaio inossidabile

Art. 36.

Gli oggetti di acciaio inossidabile destinati al contatto con alimenti e disciplinati dal presente decreto possono essere preparati esclusivamente con i tipi di acciai inossidabili indicati nella sezione 6 dell'Allegato II del presente decreto, nelle condizioni, limitazioni e tolleranze di impiego previste in detto allegato e nell'articolo seguente.

Art. 37.

L'idoneità degli oggetti in acciaio inossidabile a venire in contatto con gli alimenti deve essere accertata:

per quanto riguarda la migrazione globale, con le modalità indicate nella sezione 1 dell'Allegato IV;

per quanto riguarda la migrazione specifica del cromo e del nichel, ove richiesto, con le modalità indicate nella sezione 2, punti 3 e 5 dell'Allegato IV.

Nel caso di oggetti di uso ripetuto, la determinazione della migrazione specifica viene effettuata con tre «attacchi» successivi di uguale durata, sul liquido di cessione proveniente dal terzo «attacco».

Nel caso di oggetti che possono essere impiegati in contatto con qualsiasi tipo di alimenti, la valutazione di idoneità può essere basata sulle seguenti prove, in quanto ritenute più severe tra quelle previste nella sezione 1 dell'Allegato IV:

per oggetti destinati a contatto prolungato a temperatura ambiente: soluzione acquosa di acido acetico al 3 per cento, per 10 giorni a 40 °C;

per oggetti destinati ad uso ripetuto, di breve durata a caldo o a temperatura ambiente: soluzione acquosa di acido acetico al 3 per cento, a 100 °C per 30 minuti; tre «attacchi» successivi, con determinazione della migrazione globale e della migrazione specifica del cromo e del nichel sul liquido di cessione proveniente dal terzo «attacco».

Per gli oggetti di cui al presente capo i limiti di migrazione specifica sono i seguenti: cromo (trivalente), non più di 0,1 ppm; nickel, non più di 0,1 ppm.

Capo VII - Norme finali e transitorie

Art. 38.

Per gli utensili, gli impianti, le apparecchiature e gli strumenti di immagazzinaggio e di trasporto le disposizioni degli articoli precedenti si applicano agli oggetti prodotti e messi in opera a partire dal 365° giorno dall'entrata in vigore del presente decreto.

Dalla data di pubblicazione dello stesso nella Gazzetta Ufficiale è concesso un termine di dodici mesi per la produzione e l'importazione e di diciotto mesi per lo smaltimento delle scorte di oggetti non indicati nel primo comma, destinati a venire in contatto con gli alimenti, non conformi alle presenti norme, purché corrispondano alla disciplina preesistente.

Art. 39.

Sono abrogati i decreti ministeriali 15 aprile 1966, 9 marzo 1968, 24 maggio 1969, 10 luglio 1969, 9 giugno 1971 indicati nelle premesse.

Il presente decreto entra in vigore 15 giorni dopo la sua pubblicazione nella Gazzetta Ufficiale della Repubblica italiana.

ALLEGATO I - PROTOCOLLO DI VALUTAZIONE DI UN NUOVO COMPONENTE DI MATERIALI IN CONTATTO CON ALIMENTI, AVENTE LA FUNZIONE DI GUIDA PER LA DOCUMENTAZIONE DA PRENDERE IN CONSIDERAZIONE AL FINE DELL'INCLUSIONE NELLA LISTA POSITIVA.

Nota preliminare: il presente protocollo ha una funzione di guida. Secondo la natura e le proprietà del composto in esame può risultare in molte parti superfluo oppure richiedere ulteriori approfondimenti.

INFORMAZIONI DA FORNIRE PER LA VALUTAZIONE DI UNA SOSTANZA DA UTILIZZARE IN MATERIALI ED ARTICOLI IN CONTATTO CON ALIMENTI

Le relazioni inoltrate devono contenere particolari sufficienti da consentire la valutazione. Dovrebbero essere strutturate nell'ordine indicato al punto 1-6. Qualsiasi deroga alle seguenti direttive deve essere pienamente giustificata.

Ogni riferimento ad informazioni pubblicate, invocato a sostegno di una richiesta, dovrebbe essere accompagnato dalle pubblicazioni originali o fotocopie di tali pubblicazioni.

Va inoltre preparato un riassunto dei dati.

1. - Identità della sostanza

1.1. Nel caso di una sostanza singola e ben definita, indicare:

1.1.1. Nomi chimici (IUPAC e sinonimi quali il nome comune, il nome CAS e il nome commerciale).

1.1.2. Numero CAS.

1.1.3. Formule molecolare e strutturale; peso molecolare.

1.1.4. Grado di purezza: metodi per la determinazione della purezza; dati qualitativi e quantitativi relativi alle impurezze.

1.1.5. Dati spettroscopici e fisico-chimici; fornire ogni altro dato che consenta l'identificazione e la definizione delle caratteristiche della sostanza, quali lo stato fisico, la temperatura di fusione, la temperatura di ebollizione, la temperatura di decomposizione, il punto d'infiammabilità, la pressione di vapore e la solubilità in solventi rilevanti.

1.2. Nel caso di miscele, trattare separatamente ciascuna sostanza conformemente ai punti da 1.1.1. a 1.1.5. e indicare le proporzioni delle varie sostanze componenti la miscela.

1.3. Nel caso di miscele, che non si possono definire completamente, andrebbe presentata una descrizione quanto più completa, comprendente:

1.3.1. I composti o materie prime utilizzati nella preparazione della miscela;

1.3.2. Il processo di produzione, il controllo della produzione e la riproducibilità del processo;

1.3.3. Il metodo utilizzato per purificare il prodotto;

1.3.4. Le sostanze formate durante il processo.

1.4. Nel caso di un polimero utilizzato come additivo, darne la struttura, le sostanze di partenza (con le relative quantità), la media e il campo di variazione dei pesi molecolari.

Se il peso molecolare non è facilmente ottenibile, indicarne altre caratteristiche del polimero che sono legate al peso molecolare quali le viscosità intrinseche o relative o l'indice di fluidità. Indicare inoltre la concentrazione dei monomeri residui.

2. - Proprietà chimiche e stabilità

2.1. Stabilità della sostanza nel prodotto finito dopo l'esposizione a fattori quali la luce, l'aria, le radiazioni ionizzanti, il calore, l'acqua e i trattamenti ossidanti.

2.2. Dati su qualunque decomposizione o trasformazione che la sostanza potrebbe subire durante la fabbricazione del materiale o dell'articolo; indicare i prodotti della decomposizione o della trasformazione che si possono formare nel materiale o nell'articolo finito durante il processo produttivo; la temperatura massima raggiunta nel processo di fabbricazione.

2.3. Dati su eventuali reazioni chimiche della sostanza migrante con i componenti dell'alimento.

3. - Impiego

3.1. Funzione tecnologica della sostanza;

3.2. Tutti i tipi di materiale in cui la sostanza è suscettibile di essere impiegata.

3.3. Ogni impiego particolare del materiale (es. microonde).

3.4. Percentuale massima nella formulazione.

3.5. Percentuale massima che può rimanere nel materiale o nell'articolo quando la quantità indicata al 3.3. viene ridotta mediante reazioni chimiche e processi quali il lavaggio, la purificazione, l'evaporazione, ecc.

3.6. Indicare le eventuali controindicazioni, quali ad esempio il tipo di alimenti, il tipo di materiale, le condizioni di contatto, la temperatura ecc.

4. - Informazioni sull'autorizzazione concessa dai singoli Paesi e sulla valutazione effettuata da enti internazionali. Indicare i Paesi che hanno autorizzato l'uso della sostanza a contatto con alimenti e a quali condizioni. Allegare la referenza della pubblicazione ufficiale attestante l'autorizzazione.

Indicare quali enti internazionali hanno effettuato valutazioni ed allegare copie dei relativi documenti.

5. - Dati sulla migrazione

Allo scopo di poter valutare l'assunzione giornaliera della sostanza, andrebbero idealmente forniti dati sulla misura

della migrazione della sostanza, i prodotti di decomposizione e di reazione (migrazione specifica) considerando ciascuna delle sue formulazioni e ciascun tipo di alimento imballato, sotto tutte le condizioni prevedibili di conservazione e di impiego.

Nella pratica risulta spesso difficile individuare ed analizzare basse concentrazioni di sostanze e i prodotti di decomposizione e di reazione migranti nell'alimento. Di conseguenza l'unico modo per determinare la migrazione potenziale nell'alimento potrebbe essere il ricorso ai simulanti.

Se si ricorre all'uso di simulanti, devono essere rispettate le condizioni relative alla migrazione specifica e globale stabilite dal D.M. 21.3.73 e sue modificazioni. Se il materiale d'imballaggio viene utilizzato in condizioni per cui non esistono specifiche indicazioni (ad es. sacchetti per cottura, uso di microonde, irradiazione di alimenti), possono essere adottate, dietro consultazione delle autorità competenti, condizioni di sperimentazione che simulino l'uso effettivo.

Se la sostanza viene in gran parte trasformata durante i processi e/o se si sospetta l'apparizione di prodotti di reazione potenzialmente tossici devono essere forniti i dati sulla migrazione specifica di tali prodotti di reazione; Le prove di migrazione andrebbero eseguite con tutti i materiali descritti al punto 3.2. (ad es. tutti i tipi di plastica); in ogni caso, con la massima percentuale della sostanza quale definita al punto 3.4. e il massimo spessore che s'intende utilizzare.

I dettagli delle prove di migrazione devono essere riportati particolarmente i seguenti:

5.1. Composizione dettagliata del campione utilizzato, compresa la concentrazione iniziale di ogni migrante identificato, ottenuta con l'estrazione mediante solvente.

5.2. Alimento o simulante/i di alimento utilizzato/i.

5.3. Condizioni del contatto quali durata, temperatura, rapporto superficie/volume o peso dell'alimento o del simulante, tipo di cellula di migrazione utilizzata o qualunque altro parametro che possa influenzare il livello della migrazione.

5.4. Descrivere dettagliatamente il/i metodo/i e la/le procedura/e analitici utilizzati per la determinazione quantitativa della/e sostanza/e o dei suoi/loro prodotti di decomposizione o di trasformazione. Nei casi in cui risulta probabile la possibilità di quantificare il limite di una migrazione specifica, dovrebbe essere proposto e descritto un metodo di analisi (*) applicabile al controllo degli imballaggi alimentari e che possa essere applicato con risultati significativi da personale di laboratorio adeguatamente addestrato.

(*) Il metodo deve essere redatto conformemente al modello CEE (Vedi Documento CEE "*Note for the guidance of the applicants*" III/3568/89 Rev. 3 o versione aggiornata)

6. - Dati tossicologici

6.1. I requisiti generali relativi agli studi tossicologici da eseguire per sostanze presenti in materiali d'imballaggio sono definiti di seguito.

Nell'esecuzione di test tossicologici lo scopo dovrebbe essere di ottenere il massimo numero d'informazioni rilevanti utilizzando il minimo numero di animali.

La scelta degli studi da svolgere deve tener conto del fatto che non tutte le sostanze chimiche impiegate nella fabbricazione di un materiale d'imballaggio migreranno negli alimenti. Molte di esse sono destinate a formare una parte stabile di un polimero, alcune migreranno solo in minime quantità, se del tutto, altre spariranno nel corso del processo mentre altre ancora si decomporranno completamente, senza lasciare nessuna traccia o una quantità irrilevante di residui.

Mentre molte sostanze migrano sotto la stessa forma chimica nella quale sono state incorporate nei materiali d'imballaggio, altre invece migrano parzialmente o totalmente sotto un'altra forma chimica (vedi capitolo 5). In tali casi, i requisiti tossicologici possono applicarsi anche ai prodotti di trasformazione o di reazione.

6.2. La serie di prove di base da eseguire comprende:

- uno studio orale di 90 giorni;

- 3 studi di mutagenesi;

i. un test di mutazioni geniche nei batteri;

ii. un test di aberrazioni cromosomiche in coltura di cellule di mammifero;

iii. un test di mutazioni geniche in coltura di cellule di mammifero; in circostanze particolari un altro test eucariotico riconosciuto valido per la rivelazione di mutazioni geniche può essere accettato;

- studi sull'assorbimento, la distribuzione, il metabolismo e l'escrezione;

- dati sulla riproduzione;

- dati sulla teratogenesi;

- dati sulla tossicità/cancerogenicità a lungo termine.

Gli studi sopra elencati devono essere eseguiti conformemente a quanto previsto dal D. L.vo 27.1.92, n. 120. Le sostanze studiate devono avere le stesse specifiche descritte al paragrafo 1.

Ulteriori studi potrebbero venire richiesti se gli studi sopradescritti o conoscenze anteriori dovessero indicare la

possibilità di effetti biologici rilevanti.

Attualmente non esiste alcun metodo riconosciuto come valido per studi su animali di laboratorio, che consenta di valutare potenziali effetti di una sostanza quali l'intolleranza e/o le reazioni allergiche nei confronti di persone suscettibili, in seguito ad un'esposizione orale. Tuttavia i risultati di studi sulla sensibilizzazione per via dermica o mediante inalazione possono fornire informazioni rilevanti su eventuali rischi dovuti all'esposizione professionale e potrebbero contribuire a valutare la sicurezza della sostanza per il consumatore.

Sarebbero inoltre considerate utili informazioni sussidiarie, eventuali osservazioni nell'uomo derivanti dalle cartelle cliniche di persone occupate nella fabbricazione della sostanza e, se del caso, del polimero.

6.3. In linea di massima, la quantità di dati tossicologici richiesti sarà proporzionale all'ampiezza della migrazione della sostanza nell'alimento.

6.3.1. Nei casi in cui la migrazione supera 5 mg/kg di alimento/simulante di alimento, dovrebbero essere effettuati tutti gli studi indicati nell'elenco di base. L'omissione di uno di tali test deve essere giustificata con motivi appropriati.

In certe circostanze potrebbero non essere richiesti tutti i test contenuti nell'elenco di base, ma dovrebbero comunque essere eseguiti almeno i seguenti :

6.3.2. Nei casi in cui la migrazione varia tra 0,05 e 5 mg/kg di alimento/simulante di alimento:

- dimostrare l'assenza di rischio di bioaccumulo negli animali (es. coefficiente di ripartizione ottanolo/acqua);
- dimostrare l'assenza di potenziale mutageno conformemente ai 3 test di mutagenesi sopraelencati;
- provvedere uno studio di tossicità orale a 90 giorni.

6.3.3. Nei casi in cui la migrazione risulta inferiore a 0,05 mg/kg di alimento/simulante di alimento:

- dimostrare l'assenza di potenziale mutageno conformemente ai 3 test di mutagenesi sopraelencati

6.3.4. In alternativa alla determinazione dei valori di migrazione quali accennati ai punti 6.3.1., 6.3.2. e 6.3.3., è possibile calcolare il livello massimo di migrazione assumendo che il 100% della sostanza in questione migra dal materiale d'imballaggio nell'alimento o nei simulanti.

6.3.5. In certi casi i risultati di studi d'idrolisi possono giustificare una riduzione delle prove tossicologiche. Ciò si può verificare quando la struttura chimica lascia prevedere una pronta idrolisi in sostanze tossicologicamente accettabili (es. un estere etilico dell'acido stearico che può idrolizzarsi in un acido grasso e alcool etico). La dimostrazione dell'idrolisi può avvenire con alimenti o simulanti rappresentativi della gamma di alimenti con cui la sostanza potrebbe entrare in contatto. In alternativa, oppure in assenza di idrolisi nell'alimento, quest'ultima può essere valutata in saliva simulata e/o liquidi gastrointestinali.

ALLEGATO II - Elenco delle sostanze autorizzate per la preparazione di oggetti destinati al contatto con alimenti

Sezione 1^a: MATERIE PLASTICHE

Parte A -- Resine

	Condizioni, limitazioni e tolleranze d'impiego
Alcool polivinilico	----- Se presente negli oggetti finiti in quantità superiore al 2% non può essere impiegato per alimenti per i quali è previsto l'impiego dei simulanti A o B.
Cellulosa acetati	
Cellulosa acetobutirrato	
Cellulosa rigenerata	
Clorocaucciù	
Copolimeri di acetato di vinile con:	
acido crotonico	
alcool allilico	
anidride maleica	
cloruro di vinile	
laurato di vinile	
Copolimeri di butadiene con stirene e divinilbenzene	
Copolimeri di cloruro di vinile con	Se presente alcool

acetato di vinile modificato con anidride maleica e con alcool polivinilico

Copolimeri di cloruro di vinile con nitrile acrilico
Copolimeri di cloruro di vinile con vinilidene
cloruro di vinilidene
analisi
Copolimeri di cloruro di vinile con sezione
etere cetilvinilico
Copolimeri di cloruro di vinilidene con nitrile acrilico
Copolimeri di due o più dei seguenti composti:
acetato di vinile
acido acrilico, acido itaconico, metacrilico, maleico e crotonico
acrilammide
alcooli allilico e polivinilico

anidride ftalica e maleica
butadiene
clorobutadiene
cloruri di vinile e di vinilidene
esteri acrilici, fumarici, maleici e metacrilici
isoprene
nitrile acrilico
nitrile metacrilico
olefine
stirene e/o alfametilstirene
Copolimeri di etilene con butene
Copolimeri di etilene con propilene
Copolimeri di nitrile acrilico con divinilbenzene (1)
Copolimeri di alfametilstirene con viniltoluene
Copolimeri di stirene e/o alfametilstirene con nitrile acrilico
Copolimeri di stirene e/o alfametilstirene e butadiene
Copolimeri di stirene e/o alfametilstirene con butadiene e nitrile acrilico
Copolimeri di stirene con divinilbenzene (1)
Copolimeri di stirene e/o alfametilstirene con metilmetacrilato
Copolimeri di tetrafluoroetilene con esafluoropropilene
Copolimero metilmetacrilatobutadiene

polivinilico libero nella resina in quantita' superiore al 2%, questa non puo' essere impiegata per alimenti per i quali e' previsto l'impiego del simulante A o B.

non devono cedere cloruro di monomero secondo il metodo di riportato nell'allegato IV,
2^a punto 8

Se presente alcool polivinilico libero nella resina, in quantita' superiore al 2%, questa non puo' essere impiegata per alimenti per i quali e' previsto l'impiego del simulante A o B.

stirene-divinilbenzene
 Copolimero di metilmetacrilato con
 divinilbenzene
 Copolimero di metilmetacrilato con
 stirene, divinilbenzene ed 1,3-butilenglicol-
 dimetacrilato
 Etilcellulosa
 Gomma naturale
 Nitrocellulosa
 Poliammide derivante dalla
 polimerizzazione dell'1,3,5-benzene

Per pellicole di spessore
 massimo di 4 micron in impianti

tricarbonil cloruro con l'1,3-benzene
 inversa/ultrafiltrazione.
 diammina
 rispondere al

per osmosi
 L'oggetto finito deve

saggio limite delle ammine
 aromatiche primarie

Polibetapinene
 Polibutadiene
 Polibutilentereftalato
 Policlorotrifluoroetilene
 Polietilene ad alta, media e bassa
 densità
 Polietilene clorurato
 Polietilenglicole tereftalato
 Poliisobutilene
 Polimeri degli acrilati e metacrilati
 di butile, etile e metile

Gli oggetti finiti devono es-
 sere sottoposti a lavaggio
 con acqua a temperatura am-
 biente, per due ore. Da
 detto lavaggio sono esclu-
 si i film ed i rivestimenti
 di spessore inferiore a
 0,2 mm.

Polimeri derivati dalla esterifica-
 zione di uno o più acidi organici
 mono o policarbossilici sottoe-
 lencati con uno o più degli alco-
 oli polivalenti sottoelencati,
 reticolati con stirene e/o alfa-
 metilstirene e monomeri vinilici:
 Acidi:

acelaico
 acetico
 acrilico
 adipico
 caprilico
 crotonico
 ftalico e isomeri
 fumarico
 grassi di cocco
 grassi di tallolio
 itaconico
 maleico
 miristico
 palmitico
 sebacico
 stearico

Alcoli:

1,3 butilglicol
 n-decil alcool
 glicerina

ppm	<p>ore. Da detto lavaggio sono esclusi i film ed i rivestimenti di spessore inferiore a 0,2 mm. debbono rispondere al saggio limite di cui all'allegato IV, sezione 2, punto 1: non devono cioè cedere formaldeide in quantità superiore a 0,5 mg/dm², ovvero 3</p>
calcolata	<p>rispetto alla capacità reale o dell'oggetto stesso</p>
Prodotti di condensazione di formaldeide con urea	<p>debbono rispondere al saggio limite di cui all'allegato IV, sezione 2, punto 1: non devono cioè cedere formaldeide in quantità superiore a 0,5 mg/dm², ovvero 3</p>
ppm	
calcolata	<p>rispetto alla capacità reale o dell'oggetto stesso</p>
Resina policiclopentadienica idrogenata	<p>Per vernici e smalti</p>
Resine epossidiche Resine fenoliche da sole o modificate con resine gliceroftaliche, epossidiche o polivinilbutirraliche o con alcool butilico	
Resine gliceroftaliche modificate con olio e stirene e/o alfametilstirene	
Resine maleiche modificate con colofonia ed acido abietico	
Resine melamminiche modificate con alcool butilico	Per vernici e smalti
Resine poliacetaliche	
Resine ureiche modificate con alcool butilico	Per vernici e smalti

PARTE B - Additivi per materie plastiche

1. Il presente allegato contiene l'elenco seguente:

- a) sostanze incorporate nella plastica per conseguire un effetto tecnico nel prodotto finito, inclusi gli «additivi polimerici». Dette sostanze sono presenti nel prodotto finito;
- b) sostanze utilizzate per fungere da mezzo adeguato nel quale realizzare la polimerizzazione.

Ai fini del presente allegato, le sostanze di cui alle lettere a) e b) sono in appresso denominate «additivi».

Ai fini del presente allegato, con il termine «additivi polimerici» s'intende qualsiasi polimero e/o prepolimero e/o oligomero che può essere aggiunto alla plastica per conseguire un effetto tecnico, ma che non può essere impiegato in assenza di altri polimeri quale componente strutturale principale dei materiali e degli oggetti finiti. Con esso s'intendono anche le sostanze che possono essere aggiunte al mezzo in cui avviene la polimerizzazione.

L'elenco non comprende:

- a) le sostanze che incidono direttamente sulla formazione dei polimeri;
- b) i coloranti;
- c) i solventi.

2. L'elenco non contiene i sali (inclusi sali doppi e sali acidi) di alluminio, ammonio, calcio, ferro, magnesio, potassio, sodio e zinco degli autorizzati acidi, fenoli o alcoli che sono comunque anch'essi autorizzati. Tuttavia,

nomi contenenti i termini ".....acido, sale" figurano nell'elenco qualora non sia menzionato il corrispondente acido libero. In questi casi il significato del termine "sale" è "sale di alluminio, ammonio, calcio, ferro, magnesio, potassio, sodio e zinco".

3. L'elenco non contiene anche le seguenti sostanze sebbene esse possano risultare presenti:

a) sostanze che potrebbero essere presenti nel prodotto finito quali:

- impurezze delle sostanze utilizzate;
- intermedi di reazione;
- prodotti di decomposizione;

b) miscele delle sostanze autorizzate.

I materiale e gli oggetti che contengono le sostanze indicate alle lettere a) e b) devono soddisfare i requisiti fissati dall'[art. 2](#) del D.P.R. 23.8.82, n. 777.

4. Le sostanze devono presentare una buona qualità tecnica in materia di criteri di purezza.

5. L'elenco contiene le seguenti informazioni:

colonna 1 (Numero PM/REF):

il numero di riferimento CEE per i materiali da imballaggio riguardante la sostanza riportata nell'elenco;

colonna 2 (Numero CAS): il numero CAS (Chemical Abstracts Service);

colonna 3 (Nome): la denominazione chimica;

colonna 4 (Restrizioni e/o specifiche): può comprendere:

il limite di migrazione specifica (LMS);

la quantità massima di sostanza ammessa nel materiale od oggetto finito (QM);

la quantità massima di sostanza ammessa nel materiale ed oggetto finito espressa in mg/6 dm² di superficie a contatto con i prodotti alimentari (QMA);

ogni altra restrizione specificatamente indicata;

ogni altro tipo di specifiche relative alla sostanza o al polimero

6. Qualora una sostanza appaia nell'elenco come sostanza singola ma rientri anche in un termine più generico, a tale sostanza si applicano le restrizioni che la riguardano in quanto sostanza singola.

7. Nel caso di incongruenza tra il numero CAS e la denominazione chimica, è quest'ultima che prevale. Nel caso di incongruenza tra il numero CAS riportato in EINECS e quello riportato nel registro CAS, è quest'ultimo che prevale.

8. Le sostanze con il N.P.M./Ref sono quelle autorizzate a livello comunitario.

N° PM/REF	N. CAS	NOME	RESTRIZIONI E/O SPECIFICHE
30000	000064-19-7	Acido acetico	
30045	000123-86-4	Acetato di butile	
30080	004180-12-5	Acetato di rame	LMS(T) = 30 mg/kg (⁷) (espresso come rame)
30140	000141-78-6	Acetato di etile	
30180	02180-18-9	Acetato di manganese	LMS(T) = 0,6 mg/kg (¹⁰) (espresso come manganese)*
30280	000108-24-7	Anidride acetica	
30295	000067-64-1	Acetone	
30370		Acido acetil acetico, sali	
30400		Gliceridi acetilati	
30610		Acidi, C ₂ -C ₂₄ , alifatici, lineari, monocarbossilici, provenienti da grassi e oli naturali, e loro mono-, di- e triesteri di glicerolo (sono inclusi gli acidi grassi ramificati presenti come impurezze naturali)	
30612		Acidi, C ₂ -C ₂₄ , alifatici, lineari, monocarbossilici, sintetici, e loro mono-, di- e triesteri di glicerolo	
30960		Acidi alifatici, monocarbossilici (C ₆ -C ₂₂), esterificati con poliglicerolo	
31328		Acidi grassi da oli e grassi	

		alimentari animali o vegetali	
31520	61167-58-6	Acrilato di 2-terz-butil-6-(3-terz-butil-2-idrossi-5-metilbenzil)-4-metilfenile	LMS = 6 mg/Kg*
31530	123968-25-2	Acrilato di 2,4-di-terz-pentil-6-[1-(3,5-di-terz-pentil-2-idrossifeni)etil]fenile	LMS = 5 mg/kg
31730	000124-04-9	Acido adipico	
31920	00103-23-1	Adipato di bis (2-etilesile)	LMS = 18 mg/kg (1)
33120		Alcoli alifatici, monoidrici, saturi, lineari, primari (C ₄ -C ₂₄)	
33350	009005-32-7	Acido alginico	
33801		Acido n-alchil (C ₁₀ -C ₁₃) benzensolfonico	LMS = 30 mg/kg
34230	-	Acido alchil(C ₈ -C ₂₂) solfonico	LMS = 6 mg/kg*
34281		Acidi alchil (C ₈ -C ₂₂) solforici lineari primari con un numero pari di atomi di carbonio	
34475		Idrossifosfito di alluminio e calcio, idrato	
34480		Alluminio (fibre, fiocchi, polveri)	
34560	021645-51-2	Alluminio idrossido	
34650	151841-65-5	Fosfato idrossibis [2,2'-metilenbis(4,6-di-terz-butilfenil) di alluminio	LMS = 5 mg/kg*
34690	011097-59-9	Alluminio magnesio carbonato idrossido	
34720	001344-28-1	Alluminio ossido	
34850	143925-92-2	Ammine, bis-alchilate (da grassi idrogenati) ossidate	Q M = Solo per: a) poliolefine a 0,1 % (p/p) ma non per polietilene a bassa densità quando è a contatto con prodotti alimentari per i quali il decreto 26 aprile 1993, n. 220 fissa un coefficiente di riduzione inferiore a 3 b) polietilene tereftalato a 0,25 % (p/p) a contatto con prodotti alimentari diversi da quelli per i quali è previsto l'uso del simulante D
34895	000088-68-6	2-Amminobenzammide	LMS = 0,05 mg/kg. Da utilizzarsi unicamente per polietilene tereftalato destinato al contatto con l'acqua e le bevande
35120	013560-49-1	Acido 3-ammino crotonico, diesterificato con tiobis (2-idrossietilico)	
35160	06642-31-5	6-Ammino-1,3-dimetiluracile	LMS = 5 mg/kg
35170	00141-43-5	2-Amminoetanolo	LMS = 0,05 mg/kg. Non per polimeri in contatto con alimenti per i quali è previsto l'uso del simulante D e solo per contatto indiretto con alimenti, dietro uno strato di PET

35284	00111-41-1	N-(2-amminoetil)etanolammina	LMS = 0,05 mg/kg. Non per polimeri in contatto con alimenti per i quali è previsto l'uso del simulante D e solo per contatto indiretto con alimenti, dietro uno strato di PET
35320	07664-41-7	Ammoniaca	
35440	1214-97-9	Ammonio bromuro	
35600	01336-21-6	Ammonio idrossido	
35760	01309-64-4	Triossido di antimonio	LMS = 0,02 mg/Kg (espresso come antimonio, tolleranza analitica compresa)*
35840	000506-30-9	Acido arachico	
35845	007771-44-0	Acido arachidonico	
36000	000050-81-7	Acido ascorbico	
36080	000137-66-6	Ascorbil palmitato	
36160	010605-09-1	Ascorbil stearato	
36640	000123-77-3	Azodicarbonammide	Solo come agente rigonfiante
36720	17194-00-2	Idrossido di bario	LMS(T) = 1 mg/Kg (12) (espresso come bario)*
36800	10022-31-8	Nitrato di bario	LMS(T) = 1 mg/Kg (12) (espresso come bario)*
36840	12007-55-5	Bario tetraborato	LMS(T) = 1 mg/kg espresso come bario ⁽¹²⁾ e LMS(T) = 6 mg/kg ⁽²³⁾ (espresso come boro), fatte salve le disposizioni del D.Lvo. 2 febbraio 2001, n° 31, così come modificato dal D.Lvo 2 febbraio 2002, n° 27 concernenti la qualità delle acque destinate al consumo umano
36880	008012-89-3	Cera d'api	
36960	003061-75-4	Beenammide	
37040	000112-85-6	Acido beenico	
37280	001302-78-9	Bentonite	
37360	000100-52-7	Benzaldeide	In accordo con la nota 9 dell'allegato VI
37600	000065-85-0	Acido benzoico	
37680	000136-60-7	Benzoato di butile	
37840	000093-89-0	Benzoato di etile	
38000	000553-54-8	Benzoato di litio	LMS(T) = 0,6 mg/kg (8) (espresso come litio)*
38080	000093-58-3	Benzoato di metile	
38160	002315-68-6	Benzoato di propile	
38240	00119-61-9	Benzofenone	LMS = 0,6 mg/Kg*
38320	005242-49-9	4-(2-benzossazolil)-4'-(5-metil-2-benzossazolil)stilbene	In accordo con le specifiche dell'allegato V
38510	136504-96-6	1,2-bis(3-amminopropil)etilendiammina, polimero con N-butil-2,2,6,6-tetrametil-4-piperidinammina e 2,4,6-tricloro-1,3,5-triazina	LMS = 5 mg/kg
38515	001533-45-5	4,4'-bis(2-benzossazolil)stilbene	LMS = 0,05 mg/kg ⁽¹⁾
38560	07128-64-5	2,5-bis(5-terz-butil-2-	LMS = 0,6 mg/Kg*

		benzossazolil)tiofene	
38700	63397-60-4	Bis(isottile tioglicolato) di bis(2-carbobutossietil)stagno	LMS = 18 mg/Kg*
38800	32687-78-8	N,N'-bis[3-(3,5-di-terz-butil-4-idrossifenil)propionil]idrazide	LMS = 15 mg/Kg*
38810	080693-00-1	Difosfito di bis(2,6-di-terz-butil-4-metilfenil)pentaeritrite	LMS = 5 mg/kg (comma somma di fosfito e fosfato)
38820	26741-53-7	Bis(2,4-di-terz-butilfenil)pentaeritritol difosfito	LMS = 0,6 mg/Kg*
38840	154862-43-8	Bis(2,4-dicumilfenil)pentaeritritol difosfito	LMS = 5 mg/kg [somma della sostanza stessa, la sua forma ossidata [bis(2,4-dicumilfenil)pentaeritritolfosfato] e il suo prodotto di idrolisi (2,4-dicumilfenolo)]
38879	135861-56-2	Bis(3,4-dimetilbenziliden)sorbitolo	
38950	079072-96-1	Bis(4-etilbenzilidene) sorbitolo	
39060	35958-30-6	1,1-Bis(2-idrossi-3,5-di-terz-butilfenil)etano	LMS = 5 mg/kg*
39090	-	N,N-Bis(2-idrossietil)alchil(C ₈ -C ₁₈)ammina	LMS(T) = 1,2 mg/kg (13)*
39120	-	Cloridrati di N,N-bis(2-idrossietil)alchil(C ₈ -C ₁₈)ammina	LMS(T) = 1,2 mg/kg (13) (espresso come ammina terziaria escludendo HCl)*
39200	006200-40-4	Cloruro di bis(2-idrossietil)-2-idrossipropil-3-(dodecilossi)metilammonio	LMS = 1,8 mg/kg
39680	000080-05-7	2,2-Bis(4-idrossifenil)propano	LMS(T) = 0,6 mg/kg (28)
39815	182121-12-6	9,9-Bis(metossimetil)fluorene	QMA = 0,05 mg/6 dm ²
39890	087826-41-3	Bis(metilbenziliden)sorbitolo	
	069158-41-4		
	054686-97-4		
39925	129228-21-3	3,3-Bis(metossimetil)-2,5-dimetilesano	LMS = 0,05 mg/kg
40000	00991-84-4	2,4-Bis(ottiltio)-6-(4-idrossi-3,5-diterz-butilanilino)-1,3,5-triazina	LMS = 30 mg/kg*
40020	110553-27-0	2,4-Bis(ottiltiometile)-6-metilfenolo	LMS = 6 mg/kg Autorizzato fino al 1° marzo 2003
40120	68951-50-8	Bis(polietilenglicole)idrossimetilfosfonato	LMS = 0,6 mg/kg
40160	61269-61-2	Copolimero N,N'-bis(2,2,6,6-tetrametil-4-piperidil)esametildiammina-1,2-dibromoetano	LMS=2,4 mg/kg*
40320	10043-35-3	Acido borico	LMS(T) = 6 mg/kg ⁽²³⁾ (espresso come boro), fatte salve le disposizioni del D.Lvo 2 febbraio 2001, n° 31, così come modificato dal D.Lvo 2 febbraio 2002, n° 27 concernenti la qualità

			delle acque destinate al consumo umano
40400	10043-11-5	Boro nitruro	
40570	000106-97-8	Butano	
40580	00110-63-4	1,4-Butandiolo	LMS(T) = 0,05 mg/kg (²⁴)
40720	025013-16-5	Butilidrossianisolo (BHA)	LMS = 30 mg/kg*
40800	13003-12-8	4,4'-Butilidenbis(6-terz-butil-3-metilfenil-ditridecile fosfito)	LMS = 6 mg/Kg*
40980	19664-95-0	Butirrato di manganese	LMS(T) = 0,6 mg/Kg (10) (espresso come manganese)*
41040	05743-36-2	Calcio butirrato	
41120	10043-52-4	Cloruro di calcio	
41280	001305-62-0	Calcio idrossido	
41520	001305-78-8	Calcio ossido	
41600	012004-14-7 037293-22-4	Calcio Solfoalluminato	
41680	000076-22-2	Canfora	In accordo con la nota 9 dell'allegato V
41760	008006-44-8	Cera candelilla	
41840	00105-60-2	Caprolattame	LMS(T) = 15 mg/kg (⁵)
41960	000124-07-2	Acido caprilico	
42000	63438-80-2	Tris(isoottile tioglicolato) di (2-carbobutossietil)stagno	LMS = 30 mg/Kg*
42160	000124-38-9	Carbonio biossido	
42320	007492-68-4	Carbonato di rame	LMS(T) = 30 mg/kg (⁷) (espresso come rame)
42400	10377-37-4	Carbonato di litio	LMS(T) = 0,6 mg/kg (⁸) (espresso come litio)*
42480	00584-09-8	Carbonato di rubidio	LMS = 12 mg/Kg*
42500		Acido carbonico, sali	
42640	009000-11-7	Carbossimetil cellulosa	
42720	008015-86-9	Cera Carnauba	
42800	009000-71-9	Caseina	
42880	008001-79-4	Olio di ricino	
42960	064147-40-6	Olio di ricino disidratato	
43200		Mono e digliceridi dell'olio di ricino	
43280	009004-34-6	Cellulosa	
43300	009004-36-8	Cellulosa acetobutirrato	
43360	068442-85-3	Cellulosa rigenerata	
43440	008001-75-0	Ceresina	
43515		Esteri degli acidi grassi dell'olio di cocco con cloruro di colina	QMA = 0,9 mg/6 dm ²
43600	04080-31-3	Cloruro di 1-(3-cloroallil)-3,5,7-triaza-1-azoniaadamantano	LMS = 0,3 mg/Kg*
43680	00075-45-6	Clorodifluorometano	LMS = 6 mg/Kg in accordo con specifiche dell'Allegato V*
44160	000077-92-9	Acido citrico	
44640	000077-93-0	Citrato di trietile	
44960	11104-61-3	Ossido di cobalto	LMS(T) = 0,05 mg/Kg (14) (espresso come cobalto) *
45195	007787-70-4	Bromuro di rame	LMS(T) = 30 mg/kg (⁷) (espresso

			come rame)
45200	001335-23-5	Ioduro di rame	LMS(T) = 30 mg/kg (⁷) (espresso come rame) e LMS = 1 mg/kg (espresso come iodio)
45280		Fibre di cotone	
45440	-	Cresoli butilati, stirenati	LMS = 12 mg/Kg*
45450	068610-51-5	Copolimero di p-cresolo, di dicitlopentadiene e di isobutilene	LMS = 0,05 mg/kg
45560	014464-46-1	Cristobalite	
45600	003724-65-0	Acido crotonico	QMA(T) = 0,05 mg/6 dm ² (33)
45640	005232-99-5	Estere etilico dell'acido 2-ciano-3,3-difenil-2-propenoico	LMS = 0,05 mg/kg*
45650	6197-30-4	Acido 2-ciano-3,3-difenil-2-propenoico, 2-etilesil estere	LMS = 0,05 mg/Kg*
45760	000108-91-8	Cicloesilammia	
45920	009000-16-2	Dammar	
45940	000334-48-5	Acido n-decanoico	
46070	10016-20-3	Alfa-destrina	
46080	0785-39-9	Beta-destrina	
46375	061790-53-2	Farina fossile	
46380	068855-54-9	Terra di diatomee calcinata in continuo con carbonato di sodio	
46480	032647-67-9	Dibenzilidene sorbitolo	
46640	000128-37-0	Butilidrossitoluene (BHT)	LMS = 30 mg/kg*
46700	-	5,7-di ter - butil-3-(3,4 e 2,3 - dimetil-fenil)-3H-benzofuran-2-one contenente: a) 5,7- di-ter-butyl-3- (3,4-dimetilfenil)-3H-benzofuran-2-one (80-100 % p/p) e b) 5,7-di-ter-butyl-3-(2,3-dimetilfenil)-3H-benzofuran-2-one(0-20 % p/p)	LMS = 5 mg/kg
46720	04130-42-1	2,6-Di-terz-butyl-4-etilfenolo	QMA = 4,8 mg/6 dm ² *
46790	004221-80-1	3,5-di-terz-butyl-4-idrossibenzoato di 2,4-di-terzbutilfenile	
46800	67845-93-6	3,5-di-terz-butyl-4-idrossibenzoato di esadecile	
46870	003135-18-0	3,5-Di-terz-butyl-4-idrossibenilfosfonato di diottadecile	
46880	065140-91-2	3,5-di-terz-butyl-4-idrossibenilfosfonato di monoetile, sale di calcio	LMS = 6 mg/kg
47210	26427-07-6	Acido dibutiltiostannoico, polimero [= Tiobis(solfulo di butilstagno), polimero]	In accordo con le specifiche dell'allegato V
47440	000461-58-5	Diciandiammide	
47540	27458-90-8	Disolfuro di di-terz-dodecile	LMS = 0,05 mg/kg
47600	84030-61-5	Bis(isoottile tioglicolato) di di-n-dodecilstagno	LMS = 12 mg/Kg*
47680	000111-46-6	Dietilen glicole	LMS(T) = 30 mg/kg (³)
48460	000075-37-6	1,1-Difluoroetano	

48620	00123-31-9	1,4-Diidrossibenzene	LMS = 0,6 mg/kg
48640	00131-56-6	2,4-Diidrossibenzofenone	LMS(T) = 6 mg/Kg ⁽¹⁵⁾ *
48720	00611-99-4	4,4'-Diidrossibenzofenone	LMS(T) = 6 mg/kg ⁽¹⁵⁾
48800	00097-23-4	2,2'-Diidrossi-5,5'-diclorodifenilmetano	LMS = 12 mg/Kg*
48880	00131-53-3	2,2'-Diidrossi-4-metossibenzofenone	LMS(T) = 6 mg/kg ⁽¹⁵⁾ *
49485	134701-20-5	2,4-Dimetil-6-(1-metilpentadecil)-fenolo	LMS = 1 mg/kg
49540	00067-68-5	Dimetilsolfossido	
49600	26636-01-1	Bis(isoottile tioglicolato) di dimetilstagno	LMS(T) 0,18 mg/Kg (16) (espresso come stagno)*
49840	02500-88-1	Disolfuro di diottadecile	LMS = 3 mg/Kg*
50160	-	Bis[n-alcile(C ₁₀ -C ₁₆)tioglicolato]di di-n-ottilstagno	LMS(T) = 0,04 mg/Kg (17) (espresso come stagno)*
50240	10039-33-5	Bis(2-etilesile maleato) di di-n-ottilstagno	LMS(T) = 0,04 mg/Kg (17) (espresso come stagno)*
50320	15571-58-1	Bis(2-etilesile tioglicolato) di di-n-ottilstagno	LMS(T) = 0,04 mg/Kg (17) (espresso come stagno)*
50360	-	Bis(etile maleato) di di-n-ottilstagno	LMS(T) = 0,04 mg/Kg (17) (espresso come stagno)*
50400	33568-99-9	Bis(isoottile maleato) di di-n-ottilstagno	LMS(T) = 0,04 mg/Kg (17) (espresso come stagno)*
50480	26401-97-8	Bis(isoottile tioglicolato) di di-n-ottilstagno	LMS(T) = 0,04 mg/Kg (17) (espresso come stagno)*
50560	-	1,4-Butandiolo bis(tioglicolato) di di-n-ottilstagno	LMS(T) = 0,04 mg/Kg (17) (espresso come stagno)*
50640	03648-18-8	Dilaurato di di-n-ottilstagno	LMS(T) = 0,04 mg/Kg (17) (espresso come stagno)*
50720	15571-60-5	Dimaleato di di-n-ottilstagno	LMS(T) = 0,04 mg/Kg (17) (espresso come stagno)*
50800	-	Dimaleato di di-n-ottilstagno esterificato	LMS(T) = 0,04 mg/Kg (17) (espresso come stagno)*
50880	-	Dimaleato di di-n-ottilstagno, polimeri (n=2-4)	LMS(T) = 0,04 mg/Kg (17) (espresso come stagno)*
50960	69226-44-4	Etilenglicole bis(tioglicolato)di di-n-ottilstagno	LMS(T) = 0,04 mg/Kg (17) (espresso come stagno)*
51040	15535-79-2	Tioglicolato di di-n-ottilstagno	LMS(T) = 0,04 mg/Kg (17) (espresso come stagno)*
51120	-	(Tiobenzoato)(2-etilesile tioglicolato)di di-n-ottilstagno	LMS(T) = 0,04 mg/Kg (17) (espresso come stagno)*
51200	000126-58-9	Dipentaeritrite	
51570	00127-63-9	Difenilsolfone	LMS(T) = 3 mg/Kg*(25)
51680	00102-08-9	N,N'-Difeniltiourea	LMS = 3 mg/Kg*
51700	147315-50-2	2-(4,6-Difenil-1,3,5-triazin-2-il)-5-[(esil)ossi]fenolo	LMS = 0,05 mg/kg
51760	025265-71-8 000110-98-5	Dipropilenglicole	
52000	27176-87-0	Acido dodecilbenzenosolfonico	LMS = 30 mg/Kg*
52320	52047-59-3	2-(4-Dodecilfenil)indolo	LMS = 0,06 mg/Kg*
52640	016389-88-1	Dolomite	
52645	10436-08-5	Cis-11-Eicosenammide	
52720	000112-84-5	Erucammide	
52730	000112-86-7	Acido erucico	

52880	23676-09-7	4-Etossibenzoato di etile	LMS = 3,6 mg/Kg*
52900	000064-17-5	Etanolo	
53200	23949-66-8	2-Etossi-2'-etilossanilide	LMS = 30 mg/Kg*
53270	037205-99-5	Etilcarbrossimetilcellulosa	
53280	009004-57-3	Etilcellulosa	
53360	000110-31-6	N,N-etilenbisoleammide	
53440	005518-18-3	N,N-etilenbispalmitammide	
53520	00110-30-5	N,N-etilenbisstearammide	
53600	000060-00-4	Acido etilendiamminotetraacetico	
53610	054453-03-1	Etilendiamminotetraacetato di rame	LMS(T) = 30 mg/kg (⁷) (espresso come rame)
53650	000107-21-1	Etilenglicole	LMS(T) = 30 mg/kg (³)
54005	005136-44-7	Etilen-N-palmitammide-N-stearammide	
54260	009004-58-4	Etilidrossietilcellulosa	
54270		Etilidrossimetilcellulosa	
54280		Etilidrossipropilcellulosa	
54300	118337-09-0	2,2'-Etilidenbis(4,6-di-terz-butilfenil)fluorofosfonito	LMS = 6 mg/kg
54450		Grassi e oli, animali o vegetali, commestibili	
54480		Grassi e oli, idrogenati, animali o vegetali, commestibili	
54880	000050-00-0	Formaldeide	LMS(T) = 15 mg/kg (22)*
54930	025359-91-5	Copolimero formaldeide-1-naftolo [=Poli(1-idrossinaftilmetano)]	LMS = 0,05 mg/kg
55040	000064-18-6	Acido formico	
55120	00110-17-8	Acido fumarico	
55190	029204-02-2	Acido gadoleico	
55200	001166-52-5	Gallato di dodecile	LMS(T) = 30 mg/kg (34)*
55280	001034-01-1	Gallato di ottile	LMS(T) = 30 mg/kg (34)*
55360	000121-79-9	Gallato di propile	LMS(T) = 30 mg/kg (34)*
55440	009000-70-8	Gelatina	
55520		Fibre di vetro	
55600		Microsfere di vetro	
55680	000110-94-1	Acido glutarico	
55920	000056-81-5	Glicerina	
56020	099880-64-5	Glicerina dibeenato	
56360		Glicerolo esterificato con acido acetico	
56486		Esteri di glicerina con acidi alifatici saturi lineari con un numero pari di atomi di carbonio (C ₁₄ -C ₁₈) e con acidi alifatici insaturi lineari con un numero pari di atomi di carbonio (C ₁₆ -C ₁₈)	
56487		Glicerolo esterificato con acido butirrico	
56490		Glicerolo esterificato con acido erucico	
56495		Glicerolo esterificato con acido	

		12-idrossistearico	
56500		Glicerolo esterificato con acido laurico	
56510		Glicerolo esterificato con acido linoleico	
56520		Glicerolo esterificato con acido miristico	
56535	-	Glicerolo esterificato con acido nonanoico	
56540		Glicerolo esterificato con acido oleico	
56550		Glicerolo esterificato con acido palmitico	
56570		Glicerolo esterificato con acido propionico	
56580		Glicerolo esterificato con acido ricinoleico	
56585		Glicerolo esterificato con acido stearico	
56610	030233-64-8	Glicerolo monobeenato	
56720	026402-23-3	Glicerolo monoetanoato	
56800	030899-62-8	Glicerolo monolaurato diacetato	
56880	026402-26-6	Glicerolo monoottanoato	
57040		Glicerolo monooleato esterificato con acido ascorbico	
57120		Glicerolo monooleato esterificato con acido citrico	
57200		Glicerolo monopalmitato esterificato con acido ascorbico	
57280		Glicerolo monopalmitato esterificato con acido citrico	
57600		Glicerolo monostearato esterificato con acido ascorbico	
57680		Glicerolo monostearato esterificato con acido citrico	
57800	018641-57-1	Tribeenato di glicerina	
57920	000620-67-7	Glicerolo trieptanoato	
58300		Glicina, sali	
58320	007782-42-5	Grafite	
58400	009000-30-0	Gomma di guar	
58480	009000-01-5	Gomma arabica	
58720	000111-14-8	Acido eptanoico	
58960	00057-09-0	Bromuro di esadeciltrimetilammonio	LMS = 6 mg/kg*
59120	23128-74-7	1,6-Esametilenbis[3-(3,5-di-terz-butil-4-idrossifenil)propionammide]	LMS = 45 mg/kg*
59200	35074-77-2	1,6-Esametilenbis[3-(3,5-di-terz-butil-4-idrossifenil)propionato]	LMS = 6 mg/kg*
59280	000100-97-0	Esametilentetrammina	LMS(T) = 15 mg/kg (22) (espresso come formaldeide)

59360	000142-62-1	Acido esanoico	
59760	019569-21-2	Huntite (carbonato naturale di calcio e magnesio)	
59990	007647-01-0	Acido cloridrico	
60030	012072-90-1	Idromagnesite	
60080	012304-65-3	Idrotalcite	
60160	000120-47-8	4-Idrossibenzoato di etile	
60180	004191-73-5	4-Idrossibenzoato di isopropile	
60200	000099-76-3	4-Idrossibenzoato di metile	
60240	000094-13-3	4-Idrossibenzoato di propile	
60320	70321-86-7	2-[2-Idrossi-3,5-bis(1,1-dimetilbenzil)fenil]benzotriazolo	LMS = 1,5 mg/kg*
60400	03896-11-5	2-(2'-Idrossi-3'-terz-butil-5'-metilfenil)-5-clorobenzotriazolo	LMS(T) = 30 mg/kg (¹⁹)*
60480	003864-99-1	2-(2'-Idrossi-3,5-di-terz-butilfenil)-5-clorobenzotriazolo	
60560	009004-62-0	Idrossietilcellulosa	
60800	65447-77-0	Copolimero 1-(2-idrossietil)-4-idrossi-2,2,6,6-tetrametilpiperidinasuccinato di dimetile	LMS = 30 mg/Kg*
60880	009032-42-2	Idrossietilmetilcellulosa	
61120	009005-27-0	Amido idrossietilamido	
61280	03293-97-8	2-Idrossi-4-n-esilossibenzofenone	LMS(T) = 6 mg/kg (¹⁵)*
61360	00131-57-7	2-Idrossi-4-metossibenzofenone	LMS(T) = 6 mg*
61390	037353-59-6	Idrossimetilcellulosa	
61440	02440-22-4	2-(2'-Idrossi-5-metilfenil)benzotriazolo	LMS(T) = 30 mg/Kg(¹⁹)*
61600	01843-05-6	2-idrossi-4-n-ottilossibenzofenone	LMS(T) = 6 mg/Kg(¹⁵)*
61680	009004-64-2	Idrossipropilcellulosa	
61800	009049-76-7	Amido idrossipropilico	
61840	000106-14-9	Acido 12-idrossi stearico	
62140	06303-21-5	Acido ipofosforoso	
62450	000078-78-4	Isopentano	
62640	008001-39-6	Cera giapponese	
62720	001332-58-7	Caolino	
62800		Caolino calcinato	
62960	000050-21-5	Acido lattico	
63040	000138-22-7	Lattato di butile	
63200	51877-53-3	Lattato di manganese	LMS(T) = 0,6 mg/Kg (¹⁰) (espresso come manganese)*
63280	000143-07-7	Acido laurico	
63760	008002-43-5	Lecitina	
63840	00123-76-2	Acido levulinico	
63920	000557-59-5	Acido lignocericico	
64015	000060-33-3	Acido linoleico	
64150	028290-79-1	Acido linolenico	
64240	001332-37-2	Ossido di ferro	
64320	10377-51-2	Ioduro di litio	LMS(T) = 1 mg/Kg (¹¹) (espresso come iodio) e

			LMS(T) = 0,6 mg/Kg ⁽⁸⁾ (espresso come litio)*
64500		Lisina sali	
64640	001309-42-8	Idrossido di magnesio	
64720	001309-48-4	Ossido di magnesio	
64800	00110-16-7	Acido maleico	LMS(T) = 30 mg/kg ⁽⁴⁾
65020	006915-15-7	Acido malico	
65040	00141-82-2	Acido malonico	
65120	07773-01-5	Cloruro di manganese	LMS(T) = 0,6 mg/Kg ⁽¹⁰⁾ (espresso come manganese)*
65200	12626-88-9	Idrossido di manganese	LMS(T) = 0,6 mg/Kg ⁽¹⁰⁾ (espresso come manganese)*
65280	10043-84-2	Iposofito di manganese	LMS(T) = 0,6 mg/Kg ⁽¹⁰⁾ (espresso come manganese)*
65360	11129-60-5	Ossido di manganese	LMS(T) = 0,6 mg/Kg ⁽¹⁰⁾ (espresso come manganese)*
65440	-	Pirofosfite di manganese	LMS(T) = 0,6 mg/Kg ⁽¹⁰⁾ (espresso come manganese)*
65520	000087-78-5	Mannitolo	
65920	66822-60-4	Copolimeri di cloruro di N- metacriloilossietil-N,N-dimetil- N-carbossimetilammonio, sale di sodio-metacrilato di ottadecile-metacrilato di etile- metacrilato di cicloesile-N- vinil-2-pirrolidone	
66200	037206-01-2	Metilcarbossimetilcellulosa	
66240	009004-67-5	Metilcellulosa	
66360	85209-91-2	2,2'-metilenbis(4,6-di-terz- butilfenil) sodio fosfato	LMS = 5 mg/kg*
66400	00088-24-4	2,2'-Metilenbis(4-etil-6-terz- butilfenolo)	LMS(T) = 1,5 mg/kg ⁽²⁰⁾ *
66480	00119-47-1	2,2'-Metilenbis(4-metil-6-terz- butilfenolo)	LMS(T) = 1,5 mg/kg ⁽²⁰⁾ *
66560	004066-02-8	2,2'-metilenbis(4-metil-6- cicloesilfenolo)	LMS(T) = 3 mg/kg ⁽⁶⁾
66580	000077-62-3	2,2'-Metilenbis[4-metil-6-(1- metilcicloesil)fenolo]	LMS(T) = 3 mg/kg ⁽⁶⁾
66640	009004-59-5	Metiletilcellulosa	
66695		Metilidrossimetilcellulosa	
66700	009004-65-3	Metilidrossipropilcellulosa	
66755	002682-20-4	2-Metil-4-isotiazolin-3-one	LMS = NR (LR = 0,02 mg/kg, tolleranza analitica compresa)
67120	012001-26-2	Mica	
67170		Miscela di 5,7-di-terz.butil-3- (3,4-dimetilfenil)3H- benzofuran-2-one (80-100 % p/p) e 5,7-diterz.butil-3(2,3- dimetilfenil)-3H-benzofuran-2- one (0- 20 % p/p)	LMS = 5 mg/kg
67180	-	Miscela di ftalato di n-decile n- ottile (50 % p/p), di ftalato di di-n-decile (25 % p/p) e di ftalato di di-n-ottile (25 %	LMS = 5 mg/kg ⁽¹⁾

		p/p)	
67200	001317-33-5	Molibdeno bisolfuro	
67360	67649-65-4	Tris(isoottile tioglicolato) di mono-n-dodecilstagno	LMS = 24 mg/kg*
67520	54849-38-6	Tris(isoottile tioglicolato) di monometilstagno	LMS(T) = 0,18 mg/Kg ⁽¹⁶⁾ (espresso come stagno)*
67600	-	Tris[alchil(C ₁₀ -C ₁₆)tioglicolato] di monometilstagno	LMS(T) = 1,2 mg/Kg ⁽¹⁸⁾ (espresso come stagno)*
67680	27107-89-7	Tris(2-etilesile tioglicolato) di mono-n-ottilstagno	LMS(T) = 1,2 mg/Kg ⁽¹⁸⁾ (espresso come stagno)*
67760	26401-86-5	Tris(isoottile tioglicolato) di mono-n-ottilstagno	LMS(T) = 1,2 mg/Kg ⁽¹⁸⁾ (espresso come stagno)*
67840	-	Acidi montanici e/o loro esteri con etilenglicole e/o con 1,3-butandiolo e/o con glicerolo	
67850	008002-53-7	Cera montana	
67891	000544-63-8	Acido miristico	
67896	020336-96-3	Acido miristico, sale di litio	LMS(T) = 0,6 mg/kg (8) (espresso come litio)*
68040	03333-62-8	7-[2-H-Nafto-(1,2-D)triazol-2-il]-3-fenilcumarina	
68078	27253-31-2	Neodecanoato di cobalto	LMS(T) = 0,05 mg/Kg* (espresso come acido neodecanoico) LMS(T) = 0,05 mg/Kg(14) (espresso come cobalto). Non per polimeri in contatto con alimenti quali è previsto l'uso del simulante D e solo per contatto indiretto con alimenti, dietro uno strato di PET.*
68125	037244-96-5	Nefelina sienite	
68145	080410-33-9	2,2',2''-Nitrilo[trietiltris(3,3',5,5'-tetra-terz-butil-1,1'-bifenil-2,2'-diil) fosfito]	LMS = 5 mg/kg (come somma di fosfito e fosfato)
68320	02082-79-3	3-(3,5-Di-terz-butil-4-idrossifenil)propionato di ottadecile	LMS = 6 mg/Kg*
68400	10094-45-8	Ottadecilerucammide	LMS = 5 mg/Kg*
68860	04720-48-5	Acido n-ottilfosfonico	LMS = 0,05 mg/Kg*
68960	000301-02-0	Oleammide	
69040	000112-80-1	Acido oleico	
69760	00143-28-2	Alcol oleico	
69840	016260-09-6	Oleilpalmitammide	LMS = 5 mg/Kg*
69920	000144-62-7	Acido ossalico	LMS(T) = 6 mg/kg (29)
70000	070331-94-1	2,2'-ossamidobis[etil-3-(3,5-di-terzbutil-4-idrossifenil)propionato]	
70240	012198-93-5	Ozocerite	
70400	000057-10-3	Acido palmitico	
71020	000373-49-9	Acido palmitoleico	
71440	009000-69-5	Pectina	
71600	000115-77-5	Pentaeritrite	
71635	025151-96-6	Dioleato di pentaeritrite	LMS = 0,05 mg/kg. Da non usare in polimeri a contatto con alimenti

			per i quali è previsto il simulante D
71670	178671-58-4	Tetrakis (2-ciano-3,3-difenilacrilato) di pentaeritrite	LMS = 0,05 mg/kg
71680	006683-19-8	Pentaeritrolo terakis[3-(3,5-di-terz.butil-4-idrossifenil)-propionato]	
71720	000109-66-0	Pentano	
71935	007601-89-0	Sale di sodio monoidrato dell'acido perclorico	LMS = 0,05 mg/kg (31)*
72160	00948-65-2	2-Fenilindolo	LMS = 15 mg/kg*
72640	007664-38-2	Acido fosforico	
72800	01241-94-7	Fosfato di difenile 2-etilesile	LMS = 2,4 mg/kg*
73040	13763-32-1	Fosfato di litio	LMS(T) = 0,6 mg/kg (⁸) (espresso come litio)*
73120	10124-54-6	Fosfato di manganese	LMS(T) = 0,6 mg/kg (¹⁰) (espresso come manganese)*
73160	-	Fosfati di mono- e dialchile (C ₁₆ e C ₁₈)	LMS = 0,05 mg/kg
73720	000115-96-8	Fosfato di tricloroetile	LMS = NR (LR = 0,02 mg/kg, tolleranza analitica compresa)
74010	145650-60-8	Fosfito di bis(2,4-di-terz-butil-6-metilfenile)etile	LMS = 5 mg/kg (somma di fosfito e fosfato)
74240	03570-04-4	Tris(2,4-di-terz-butilfenile)fosfito	
74400	-	Fosfito di tris(nonil -e/o dinonilfenile)	LMS = 30 mg/Kg* Per materie plastiche esenti da plastificanti in quantità non superiore allo 0,3%, per copolimero butadienestirene alla dose massima dell'1,5% sulla materia plastica e non per alimenti per i quali è previsto l'impiego del simulante D
74480	000088-99-3	Acido o-ftalico	
76320	000085-44-9	Anidride ftalica	
76680	068132-00-3	Politiclopentadiene idrogenato	LMS = 5 mg/kg (1)*
76721	009016-00-6 063148-62-9	Polidimetilsilossano (PM > 6800)	In accordo con specifiche dell'allegato V
76730	-	Polidimetilsilossano, gamma-idrossipropilato	LMS = 6 mg/kg
76866	-	Poliesteri di 1,2-propandiolo e/o 1,3- e/o 1,4-butandiolo e/o polipropilenglicole con acido adipico, anche terminati con acido acetico o acidi grassi C ₁₂ -C ₁₈ o n-ottanolo e/o n-decanolo	LMS = 30 mg/kg
76960	025322-68-3	Polietilenglicole	
77440	-	Diricinoleato di polietilenglicole	LMS = 42 mg/kg*
77520	61791-12-6	Estere di polietilenglicole con olio di ricino	LMS = 42 mg/kg*
77600	061788-85-0	Olio di ricino idrogenato esterificati con polietilenglicole	
77702		Acidi monocarbossilici alifatici	

		e loro solfati di sodio e ammonio esterificati con polietilenglicole	
77895	068439-49-6	Etere monoalchilico (C ₁₆ -C ₁₈) di polietilenglicole (OE = 2-6)	LMS = 0,05 mg/kg
78320	09004-97-1	Monoricinoleato di polietilenglicole	LMS = 42 mg/kg*
79040	009005-65-5	Polietilenglicole sorbitano monolaurato	
79120	009005-65-6	Polietilenglicole sorbitano monooleato	
79200	009005-66-7	Polietilenglicole sorbitano monopalmitato	
79280	009005-67-8	Polietilenglicole sorbitano monostearato	
79360	009005-70-3	Polietilenglicole sorbitano trioleato	
79440	009005-71-4	Polietilenglicole sorbitano tristearato	
80240	029894-35-7	Poliglicerol ricinoleato	
80640		Poliossialchil (C ₂ -C ₄) dimetilpolisilossano	
80720	008017-16-1	Acidi polifosforici	
80800	025322-69-4	Polipropilenglicole	
81200	71878-19-8	Poli[6-[(1,1,3,3-tetrametilbutil)ammino]-1,3,5-triazin-2,4-diil]-[2,2,6,6-tetrametil-4-piperidil]imino]-esametilene-[(2,2,6,6-tetrametil-4-piperidil)imino]	LMS = 3 mg/kg*
81220	192268-64-7	Poli-[[6-[N-(2,2,6,6-tetrametil-4-piperidinil)-n-butilamminol]-1,3,5-triazin-2,4-diil][2,2,6,6-tetrametil-4-piperidinil]imino]-1,6-esandiil[(2,2,6,6-tetrametil-4-piperidinil)imino]]-alfa-[N,N,N',N'-tetrabutyl-N'''-(2,2,6,6-tetrametil-4-piperidinil)-N''-[6-(2,2,6,6-tetrametil-4-piperidinilammino)-esil]-[1,3,5-triazin-2,4,6-triammina]-omega-N,N,N',N'-tetrabutyl-1,3,5-triazin-2,4-diammina]	LMS = 5 mg/kg
81515	087189-25-1	Poliglicerolato di zinco	
81520	07758-02-3	Potassio bromuro	
81600	01310-58-3	Potassio idrossido	
81680	07681-11-0	Ioduro di potassio	LMS(T) = 1 mg/Kg* ⁽¹¹⁾ (espresso come iodio)
81760		Polveri, fiocchi e fibre di ottone, bronzo, rame, acciaio inossidabile, stagno e leghe di rame, stagno e ferro	LMS(T) = 30 mg/kg ⁽⁷⁾ (espresso come rame); LMS = 48 mg/kg (espresso come ferro)
81840	000057-55-6	1,2-propanodiolio	

81882	000067-63-0	2-propanolo	
82000	000079-09-4	Acido propionico	
82020	19019-21-3	Propionato di cobalto	LMS(T) = 0,05 mg/kg*(¹⁴) (espresso come cobalto)
82080	009005-37-2	1,2-propilenglicole alginato	
82240	22788-19-8	1,2-propilenglicole dilaurato	
82400	00105-62-4	1,2-propilenglicole dioleato	
82560	033587-20-1	1,2-propilenglicole dipalmitato	
82720	006182-11-2	1,2-propilenglicole distearato	
82800	27194-74-7	1,2-propilenglicole monolaurato	
82960	01330-80-9	1,2-propilenglicole monooleato	
83120	029013-28-3	1,2-propilenglicole monopalmitato	
83300	001323-39-3	1,2-propilenglicole monostearato	
83320		Propilidrossietilcellulosa	
83325		Propilidrossimetilcellulosa	
83330		Propilidrossipropilcellulosa	
83440	02466-09-3	Acido pirofosforico	
83455	13445-56-2	Acido pirofosforoso	
83460	012269-78-2	Pirofillite	
83470	014808-60-7	Quarzo	
83595	119345-01-6	Prodotto di reazione del fosfonito di di-terz-butile con difenile, ottenuto da condensazione di 2,4 -di-terz-butilfenolo con il prodotto di reazione di Friedel Craft di tricloruro di fosforo con difenile	LMS = 18 mg/kg * In accordo con le specifiche dell'Allegato V
83599	68442-12-6	Prodotti di reazione dell'oleato di 2-mercaptoetile con diclorodimetilstagno, solfuro di sodio e triclorometilstagno	LMS(T) = 0,18 mg/kg (¹⁶) (espresso come stagno)
83610	073138-82-6	Acidi resinici e acidi di rosinici	
83700	00141-22-0	Acido ricinoleico	LMS = 42 mg/Kg*
83840	008050-09-7	Colofonia	
84000	008050-31-5	Esteri di acidi resinici e acidi rosinici con glicerina	
84080	008050-26-8	Estere di acidi resinici e acidi rosinici con pentaeritrite	
84210	065997-06-0	Colofonia idrogenata	
84240	065997-13-9	Esteri di acidi resinici e acidi rosinici idrogenati, con glicerina	
84320	008050-15-5	Esteri di acidi resinici e acidi rosinici, idrogenati, con metanolo	
84400	064365-17-9	Esteri di acidi resinici e acidi rosinici, idrogenati con pentaeritrite	
84560	009006-04-6	Gomma naturale	
84640	000069-72-7	Acido salicilico	
84800	00087-18-3	Salicilato di 4-terz-butilfenile	LMS = 12 mg/kg*

84880	00119-36-8	Salicilato di metile	LMS = 30 mg/kg*
85360	000109-43-3	Dibutile sebacato	
85601		Silicati naturali (ad esclusione dell'amianto)	
85610		Silicati naturali sililati (ad esclusione dell'amianto)	
85680	01343-89-2	Acido silicico	
85760	12068-40-5	Silicato di litio alluminio (2:1:1)	LMS(T) = 0,6 mg/kg* ⁽⁸⁾ (espresso come litio)
85840	053320-86-8	Silicato di litio magnesio sodio	LMS(T) = 0,6 mg/kg* ⁽⁸⁾ (espresso come litio)
85920	12627-14-4	Silicato di litio	LMS(T) = 0,6 mg/kg* ⁽⁸⁾ (espresso come litio)
86000		Acido silicico, sililato	
86160	00409-21-2	Silicio carburo	
86240	007631-86-9	Biossido di silicio	
86285		Biossido di silicio sililato	
86560	07647-15-6	Sodio bromuro	
86720	01310-73-2	Sodio Idrossido	
86800	07681-82-5	Ioduro di sodio	LMS(T) = 1 mg/kg* ⁽¹¹⁾ (espresso come iodio)
86880		Dialchilfenossibenzendisolfonato di monoalchile, sale di sodio	LMS = 9 mg/kg*
86920	007632-00-0	Nitrito di sodio	LMS = 0,6 mg/kg*
86960	007757-83-7	Solfito di sodio	LMS(T) = 10 mg/kg (30)* (espresso come SO ₂)
87040	001330-43-4	Sodio tetraborato	LMS(T) = 6 mg/kg ⁽²³⁾ (espresso come boro), fatte salve le disposizioni del D.L.vo 2 febbraio 2001, n° 31, così come modificato dal D.L.vo 2 febbraio 2002, n. 27, concernenti la qualità delle acque destinate al consumo umano
87120	007772-98-7	Tiosolfato di sodio	LMS(T) = 10 mg/kg (30)* (espresso come SO ₂)
87200	000110-44-1	Acido sorbico	
87280	029116-98-1	Sorbitan dioleato	
87520	062568-11-0	Sorbitan monobenato	
87600	001338-39-2	Sorbitan monolaurato	
87680	001338-43-8	Sorbitan monooleato	
87760	026266-57-9	Sorbitan monopalmitato	
87840	001338-41-6	Sorbitan monostearato	
87920	061752-68-9	Sorbitan tetrastearato	
88080	026266-58-0	Sorbitan trioleato	
88160	054140-20-4	Sorbitan tripalmitato	
88240	026658-19-5	Sorbitan tristearato	
88320	000050-70-4	Sorbitolo	
88600	026836-47-5	Sorbitol monostearato	
88640	008013-07-8	Olio di soja epossidato	In accordo con specifiche dell'allegato V
88800	009005-25-8	Amido commestibile	
88880	068412-29-3	Amido idrolizzato	

88960	000124-26-5	Stearammide	
89040	000057-11-4	Acido stearico	
89170	13586-84-0	Stearato di cobalto	LMS(T) = 0,05 mg/Kg (14) (espresso come cobalto)*
89200	007617-31-4	Stearato di rame	LMS(T) = 30 mg/kg (⁷) (espresso come rame)
89440		Esteri dell'acido stearico con etilenglicole	LMS(T) = 30 mg/kg (³)
90720	058446-52-9	Stearoilbenzoilmetano	
90800	05793-94-2	Stearoil-2-lactilato di calcio	
90960	000110-15-6	Acido succinico	
91200	000126-13-6	Aceto isobutirrato di saccarosio	
91360	000126-14-7	Ottoacetato di saccarosio	
91840	007704-34-9	Zolfo	
91920	007664-93-9	Acido solforico	
92000	07727-43-7	Solfato di bario	LMS(T) = 1 mg/Kg*(12) (espresso come bario)
92030	010124-44-4	Solfato di rame	LMS(T) = 30 mg/kg (⁷) (espresso come rame)
92080	014807-96-6	Talco	
92150	01401-55-4	Acidi tannici	In accordo con le specifiche JECFA
92160	000087-69-4	Acido tartarico	
92195		Taurina, sali	
92205	057569-40-1	Acido tereftalico, diesterificato con 2,2' metilenbis(4-metil-6- terz-butilfenolo)	
92320	-	Etere di tetradecil- poliossietilene(3-8)dell'acido glicolico	LMS = 15 mg/kg*
92350	000112-60-7	Tetraetilenglicole	
92560	38613-77-3	Difosfonito di tetrakis(2,4-di- terz-butilfenil)-4,4'-bifenililene	LMS = 18 mg/kg*
92640	000102-60-3	N,N,N',N'-tetrakis(2- idrossipropil)etilendiammina	
92700	078301-43-6	Polimero di 2,2,4,4-tetrametil- 20-(2,3-epossipropil)-7-ossa- 3,20-diazadispiro[5.1.11.2]- enicosan-21-one	LMS = 5 mg/kg
92800	00096-69-5	4,4'-Tiobis(6-terz-butil-3- metilfenolo)	LMS = 0,48 mg/kg*
92880	41484-35-9	Bis[3-(3,5-di-terz-butil-4- idrossifenil)propionato]di tiodietanolo	LMS = 2,4 mg/kg* Per polietilene (omo e copolimeri) e polipropilene (omo e copolimeri), fino al 31 dicembre 2003, non per alimenti per i quali è previsto l'impiego del simulante D
92930	120218-34-0	Tiodietilenbis(5- metossicarbonil-2,6-dimetil- 1,4-diidropiridina-3- carbossilato)	LMS = 6 mg/kg
93120	00123-28-4	Tiodipropionato di didodecile	LMS(T) = 5 mg/kg (²¹)*
93280	00693-36-7	Tiodipropionato di diottadecile	LMS(T) = 5 mg/kg (²¹)*
93440	013463-67-7	Biossido di titanio	

93520	000059-02-9 010191-41-0	Alfa tocoferolo	
93680	009000-65-1	Gomma adragante	
93720	00108-78-1	2,4,6-Triammino-1,3,5-triazina	LMS = 30 mg/kg
94320	000112-27-6	Trietilenglicole	
94560	00122-20-3	Triisopropanolammine	LMS = 5 mg/kg*
94960	000077-99-6	1,1,1-trimetilolpropano	LMS = 6 mg/kg
95000	28931-67-1	Copolimero trimetacrilato-metilmetacrilato di trimetilolpropano	
95200	001709-70-2	1,3,5-trimetil-2,4,6-tris(3,5-diterz.butil-4-idrossibenzil)benzene	
95270	161717-32-4	Fosfito di 2,4,6-tris(terz-butil)fenile 2-butil-2-etil-1,3-propandiolo	LMS = 2 mg/kg (somma di fosfito, fosfato e il prodotto di idrolisi = TTBP)
95280	40601-76-1	1,3,5-Tris(4-terz-butil-3-idrossi-2,6-dimetilbenzil)-1,3,5-triazin-2,4,6(1H,3H,5H)-trione	LMS = 6 mg/kg*
95360	27676-62-6	1,3,5-Tris(3,5-di-terz-butil-4-idrossibenzil)-1,3,5-triazin-2,4,6(1H,3H,5H)-trione	LMS = 5 mg/kg*
95600	01843-03-4	1,1,3-Tris(2-metil-4-idrossi-5-terz-butilfenil)butano	LMS = 5 mg/kg*
95725	110638-71-6	Vermiculite, prodotto di reazione con citrato di litio	LMS(T) = 0,6 mg/kg ⁽⁸⁾ (espresso come litio)
95855	007732-18-5	Acqua	In accordo con le disposizioni del D.L.vo 2 febbraio 2001, n° 31, così come modificato dal D.L.vo 2 febbraio 2002, n° 27 concernenti la qualità delle acque destinate al consumo umano.
95859		Cere, raffinate, derivate da materie prime di origine petrolifera o da idrocarburi sintetici	
95883		Oli minerali, paraffinici, derivati da idrocarburi di origine petrolifera	In accordo con specifiche dell'allegato V
95905	013983-17-0	Wollastonite	
95920		Farina e fibre di legno, non trattati	
95935	11138-66-2	Gomma xantorrea	
96190	020427-58-1	Zinco idrossido	
96240	001314-13-2	Ossido di zinco	
96320	01314-98-3	Zinco solfuro	
		Acetil-tri-2-etilesil-citrato	LMS = 3 mg/kg
		Acetil-tributil-citrato	
		Acetil-trietil-citrato	
		Acido ftalico	
		Acido solforicinico	
		Ammidi dell'acido oleico, palmitico, stearico, linoleico	Nel caso di guarnizioni in quantità complessiva non superiore al 2%, in altri casi in quantità

			complessiva non superiore a 0,1 % sulla materia plastica.
		Anidride cromica	Come ancorante per politetrafluoroetilene su utensili da cucina in alluminio o in vetro e purchè il Cromo migrabile non superi il limite di 0,05 ppm
		Benzoato di litio	Per polipropilene LMS(T) = 0,6 mg/kg (8) (espresso come litio)
		Bis-2-terz.butil-6-(3-terz.butil-5-metil-2-idrossibenzilfenil)tereftalato	Per polietilene, per polipropilene e polistirene in quantità non superiore rispettivamente a 0,015%, 0,10 % e 0,05% sulla materia plastica
		Bis-stearo-etilendiammina	Per guarnizioni in quantità non superiore a 0,5% sulla materia plastica; per PVC e per polietilene in quantità non superiore a 0,5 %, in altri casi non superiore a 0,2% sulla materia plastica.
		Butil ftalil butil glicolato	
		Butil stearato	
		Butil tartrato	
		Cera polietilenica ossidata con peso molecolare 9.000-14.000	Per PVC rigido
		Cetilpiridinio cloruro	Per polipropilene ed in quantità non superiore a 0,4% sulla materia plastica
		Cresoli butilati, stirenati, butilstirenati con peso molecolare medio 312	In quantità non superiore a 0,5 % sulla materia plastica
		Di-2-etilesile ftalato	In quantità non superiore al 5%, come somma di tutti gli ftalati, e non per alimenti per i quali è previsto l'impiego del simulante D. Non per materie plastiche destinate alla fabbricazione di articoli per la puericoltura, come definiti dall'Art 1 comma 4 del D.M. 17.12.1999, n 538.
		Di-2-etilesile sebacato	
		Di-isobutile-adipato	LMS = 3 mg/kg
		Di-isodecile ftalato	In quantità non superiore al 5%, come somma di tutti gli ftalati, e non per alimenti per i quali è previsto l'impiego del simulante D. Non per materie plastiche destinate alla fabbricazione di articoli per la puericoltura, come definiti dall'Art.1 comma 4 del D.M. 17.12.99 n 538
		Di isononile ftalato	In quantità non superiore al 5%, come somma di tutti gli ftalati, e non per alimenti per i quali è previsto l'impiego del simulante

			D. Non per materie plastiche destinate alla fabbricazione di articoli per la puericoltura, come definiti dall'Art.1 comma 4 del D.M. 17.12.99 n 538
		Di isoottile ftalato	In quantità non superiore al 5 % come somma di tutto gli ftalati, nelle materie plastiche destinate al contatto con gli alimenti, con esclusione degli alimenti per i quali è previsto l'impiego del simulante D, ed in quelle destinate alla fabbricazione di articoli per la puericoltura, come definiti dall'Art.1 comma 4 del D.M. 17.12.99 n. 538
		Di-n-esile-azelato	Non per alimenti per i quali è previsto l'impiego del simulante D
		Di-stearil-tiodipropionato	In quantità non superiore a 0,5% sulla materia plastica
		3,5-di-terz-butil-4-idrossibenzil-monoetil fosfonato di calcio	Per polietilene in quantità non superiore allo 0,2% e per polipropilene in quantità non superiore allo 0,25%
		Dibutile ftalato	In quantità non superiore al 5%, come somma di tutti gli ftalati, e non per alimenti per i quali è previsto l'impiego del simulante D. Non per materie plastiche destinate alla fabbricazione di articoli per la puericoltura, come definiti dall'Art.1 comma 4 del D.M. 17.12.1999, n 538
		Dicetil tiodipropionato	In quantità non superiore a 0,5% sulla materia plastica.
		Dicetil/distearil-ftalato	Per PVC rigido e non per alimenti per i quali è previsto l'impiego del simulante D LMS = 1,5 mg/kg. In quantità non superiore al 5 % come somma di tutti gli ftalati, nelle materie plastiche destinate alla fabbricazione di articoli per la puericoltura, come definiti dall'Art.1 comma 4 del D.M. 17.12.1999, n 538
		Dicicloesile ftalato	In quantità non superiore al 5 % come somma di tutti gli ftalati, nelle materie plastiche destinate al contatto con gli alimenti, con esclusione degli alimenti per i quali è previsto l'impiego del simulante D ed in quelle destinate alla fabbricazione di articoli per puericoltura, come definiti dall'Art.1 comma 4 del D.M. 17.12.1999, n 538

		Dietile ftalato	In quantità non superiore al 5 % come somma di tutti gli ftalati, nelle materie plastiche destinate al contatto con gli alimenti, con esclusione degli alimenti per i quali è previsto l'impiego del simulante D, ed in quelle destinate alla fabbricazione di articoli per la puericoltura, come definiti dall' Art. 1 comma 4 del D.M. 17.12.1999, n 538
		1,4-Diidro-2,6-dimetil-3,5-dicarbododecilossi-piridina	Per PVC e suoi copolimeri in quantità non superiore allo 0,3% sulla materia plastica ed esclusivamente per alimenti per i quali è previsto l'impiego dei simulanti A e B
		Dimetilcicloesile ftalato	In quantità non superiore al 5 % come somma di tutti gli ftalati, nelle materie plastiche destinate al contatto con gli alimenti, con esclusione degli alimenti per i quali è previsto l'impiego del simulante D, ed in quelle destinate alla fabbricazione di articoli per la puericoltura, come definiti dall'Art.1 comma 4 del D.M. 17.12.1999, n 538
		Dimetossietile ftalato	In quantità non superiore al 5 % come somma di tutti gli ftalati, nelle materie plastiche destinate al contatto con gli alimenti, con esclusione degli alimenti per i quali è previsto l'impiego del simulante D, ed in quelle destinate alla fabbricazione di articoli per la puericoltura, come definiti dall'Art. 1 comma 4 del D.M. 17.12.1999, n 538
		Distearil-(4-idrossi-3-metil-5-terz.butil)-benzil-malonato	In quantità non superiore a 0,5% sulla materia plastica
		Distearil-pentaeritritolo-difosfito	Per polietilene, polipropilene e polistirene in quantità non superiore a 0,25% sulla materia plastica. Per PVC rigido in quantità non superiore a 1 sulla materia plastica
		Estere dell'acido beta-ammino crotonico con 2,2'-idrossi-dietilensolfuro	Per PVC rigido e suoi copolimeri a prevalente contenuto in PVC, esenti da plastificanti, ed in quantità non superiore al 2% in totale sulla materia plastica.
		Estere dell'acido montanico con etandiolo e 1,3 butandiolo	Purchè l'oggetto finito non ceda glicole etilenico
		Estere di glicole dietilenico con acido stearico	Per alimenti per i quali non sono previste prove di migrazione
		Estere dimetilico dell'acido	Per polietilene e polipropilene, in

		succinico policondensato con 2-(4-idrossi-2,2,6,6-tetrametil piperidil)-etanolo	quantità massima non superiore, rispettivamente 0,3 % ed a 0,5%
		Estere glicolico dell'acido 3,3-bis-(4-idrossi-3'-terz.butilfenil)butirrico	Per polietilene: in quantità non superiore allo 0,5% sulla materia plastica per alimenti per i quali è previsto l'impiego dei simulanti A, B, C e per alimenti per i quali non sono previste prove di cessione; in quantità non superiore allo 0,2 % per alimenti per i quali è previsto l'impiego dei simulanti A,B,D non soggetti a sterilizzazione. Per polipropilene: in quantità non superiore allo 0,5 % sulla materia plastica per alimenti per i quali è previsto l'impiego dei simulanti A,B e C e per alimenti per i quali non sono previste prove di cessione, e per alimenti per i quali è previsto l'impiego dei simulanti A,B,D non soggetti a sterilizzazione. Per polipropilene: in quantità non superiore allo 0,3 % per alimenti per i quali è previsto l'impiego dei simulanti A, B, D in qualsiasi condizione di temperatura. Per polistirene. In quantità non superiore a 0,2 % sulla materia plastica. Inoltre la sostanza non deve essere ceduta in quantità superiore ad 1 mg/kg
		Esteri dell'acido beta amminocrotonico con 1,4-butilenglicole e con alcoli della serie grassa da C ₁₆ a C ₁₈	Per PVC rigido e suoi copolimeri a prevalente contenuto in PVC esenti di plastificanti in quantità non superiore al 3%.
		Esteri della glicerina con gli acidi beenico e arachico	
		Esteri della glicerina con gli acidi caprilico e n-decanoico	
		Esteri della glicerina con acido montanico	
		Esteri di acidi alifatici saturi C ₆ -C ₂₂ con alcoli alifatici saturi monoidrossilici C ₂ -C ₂₀ , incluso alcool oleico	In quantità non superiore a 1,5 % sulla materia plastica
		Esteri di acidi grassi con poliglicerolo	Per film estensibili di PVC (limitatamente agli alimenti per i quali è prevista la prova con simulanti A e B) e di poliolefine destinati al contatto con alimenti (con esclusione degli alimenti per i quali è prevista la prova con il simulante C)

		Esteri di sorbitolo con acido erucico, laurico, linoleico, miristico, oleico, pelargonico, palmitico, ricinoleico, stearico, 12-idrossistearico	
		Etil-ftalil-etilglicolato	
		2-etilesile difenilfosfato	
		Farina di guar	
		Fenile salicilato	
		Glicol propilenico	
		Glicoli polipropilenici	
		2-idrossi-4-n-ortossibenzofenone	Per polietilene e polipropilene, in quantità non superiore a 0,5 % sulla materia plastica e con esclusione dall'impiego per alimenti per i quali è previsto l'impiego del simulante D o contenenti oltre il 20% di alcool etilico
		Idrossianisolo butilato	
		Iso-ottile-eossi-stearato	
		1,1,3-(2-metil-4-idrossi-5-terz.butilfenil)butano	In quantità non superiore a 0,2 % sulla materia plastica
		4,4'-Metilen-bis-(2,6-diterz.butilfenolo)	In quantità non superiore alla 0,5 sulla materia plastica
		2,2'-Metilen-bis-(4,6-diterz.butilfenile)fosfato sodico	Limitatamente alla produzione di polipropilene. Limite di migrazione specifica: 5 mg/kg
		Metilidrossietilcellulosa	
		Miscela di dimetilstagno-S,S'-bis (isoottilmecarptoacetato) e mono metilstagno - S,S',S"-tris (isoottilmecarptoacetato)	Da impiegare nel PVC e nei copolimeri di PVC rigidi esenti da plastificanti. LMS = 0,1 mg/kg (espresso come stagno)
		Mono laurato di trietanolammina	Come antistatico per poliolefine in quantità non superiore a 0,3 % sulla materia plastica
		Monometilammina e dimetilcarbonato	Per polimetacrilato modificato. Limite di migrazione specifica 50 ppb, per ciascuna delle due sostanze
		Montanato di calcio	
		Nero di carbone (Carbon Black)	Con estratto toluenico non superiore a 0,1 % e rispondente ai limiti di massimi assorbimento nell'U-V. indicati nel metodo riportato nell'All. III sez. 4 Punto 3 D.M. 21/3/73, così come modificato dal decreto 22 luglio 1998, n°338.
		Oli siliconici	
		Oli vegetali di cotone	
		Oli vegetali di lino	
		Oli di lino epossidato secondo buona tecnica industriale	Per PVC e PVDC, (il numero di iodio dell'olio di lino epossidato deve essere inferiore a 6 ed il

			contenuto in ossigeno ossiriano deve essere inferiore al 10 %)
		Olio di ricino e suoi prodotti di disidratazione, idrogenazione e/o condensazione con acidi adipico, sebacico e ftalico	
		Orto-difenilglicidil etero	Per film di copolimeri cloruro di vinile - cloruro di vinilidene, in quantità non superiore a 0,3 % sulla materia plastica
		2-n-ottitio-4,6-di-(4'-idrossi-3'5'-di-terz.butil)-fenossi-1,3,5-triazina	
		Palmitoil-benzoil-metano	Per PVC rigido e suoi copolimeri in quantità non superiore a 0,5 % sulla materia plastica
		Paraffina	Conforme ai requisiti di purezza indicati in All. III, Sez. 4 Punto 1 del DM 21/3/73.
		Paraffina clorurata	
		Polietilene adipato	
		Polietilenglicol monostearato	Purchè il prodotto finito non ceda glicoli mono e dietilenico
		Polietilenimmina	Per polipropilene come agente ancorante; in quantità non superiore a 0,05 µg/dm ² purchè il prodotto finito non ceda etilenimmina
		Polimeri derivati dalla esterificazione dell'acido azelaico con alcoli n-esilico e 2 etilesilico	
		Polimeri derivanti dalla esterificazione di uno o più acidi organici mono o poli carbossilici sottoelencati con uno o più alcoli polibasici pure sottoelencati: acidi: acetico acrilico adipico beenico caprilico crotonico ftalico e isomeri fumarico grassi di cocco grassi di tallolio itaconico maleico miristico palmitico sebacico stearico alcoli: beenico	Purchè il prodotto non ceda monomeri o composti a basso peso molecolare

		<p>bisfenolo 1,3-butilglicol isodecilaalcol n-decilaalcol glicerina glicoli mono, di- e polietilenico (purchè il prodotto finito non ceda glicoli mono e dietilenico).</p> <p>glicoli mono, di- e polipropilenico glicol trietilenico n-ottil alcool pentaeritrite sorbitolo</p>	
		Polipropilene adipato	
		Polivinile etilere	Viscosità 0,5-0,8 cP all' 1 % in benzene a 20 °C
		Potassio caprinato	
		Potassio capronato	
		Prodotti di condensazione del poliossietilene-3-con alcoli grassi da C ₁₀ a C ₁₈	Per film poliolefinici in quantità non superiore a 1% sulla materia plastica
		Prodotti di condensazione del sorbitolo e/o ossido di etilene	Purchè l'oggetto finito non ceda glicol etilenico
		Prodotto di condensazione dell'alcool n-dodecilico con ossido di etilene	Come agente antistatico per resine poliolefiniche in quantità non superiore a 0,1 % sulla materia plastica
		Propilene glicole alginato	
		Propilgallato	
		Sale potassico dell'acido maleico semiesterificato con l'alcool cetilico	
		Sodio alchil (C ₁₀ -C ₁₈) solfonato	Come agente antistatico nel PVC e nel polistirolo in quantità non superiore rispettivamente a 1,5 % e 2,5 % sulla materia plastica. Come agente emulsionante nel PVC e suoi copolimeri e nel polistirolo in quantità superiore, rispettivamente al 2 e 5 % sulla materia plastica
		Sodio diottile solfosuccinato	Per polietilene in quantità non superiore all' 1 % ed esclusivamente in contatto con alimenti per i quali è previsto l'impiego dei simulanti A e D e per alimenti per i quali non sono previste prove di cessione.
		Sodio dodecilbenzensolfonato	Nel caso di guarnizioni e mastici in quantità non superiore a 2 % sulla materia plastica. In altri casi con le condizioni previste dall'art.10 del D.M. 21

			marzo 1973, così come sostituito dall'art. 4 del D.M. 26 aprile 1993, n°220
		Sodio solforicinato	
		Sorbitano sesquioleato	
		Stagno diottile-1,4-butandiol-di-tioglicolato	Per PVC rigido e suoi copolimeri a prevalente contenuto in PVC esenti da plastificanti ed in quantità non superiore a 1,5 % in totale, sulla materia plastica e purchè l'oggetto finito non ceda i composti tal quali o loro derivati
		Stagno diottile bis-(2-etilesil-tioglicolato)(derivati monomerici e polimerici)	Per PVC rigido e suoi copolimeri a prevalente contenuto in PVC esenti da plastificanti ed in quantità non superiore a 1,5 % in totale, sulla materia plastica e purchè l'oggetto finito non ceda i composti tal quali o loro derivati
		Stagno diottile-bis-(isottiletioglicolato)	Per PVC rigido e suoi copolimeri a prevalente contenuto in PVC esenti da plastificanti ed in quantità non superiore a 1,5 % in totale, sulla materia plastica e purchè l'oggetto finito non ceda i composti tal quali o loro derivati.
		Stearati, palmitati, ricinoleati, eptanoati, ottoati di calcio, litio, manganese, alluminio, zinco, sodio, potassio, magnesio	
		Stearil-(3,5-dimetil-4-idrossibenzil)tioglicolato	In quantità non superiore a 0,5 % sulla materia plastica
		Terpolimeri di etilene, acetato di vinile ed ossido di carbonio	Per PVC
		Tio-di-etilen-bis-(5-metossicarbonil-2,6-dimetil-1,4-diidropiridin-3-carbossilato)	Per PVC per contatto a temperatura ambiente. LMS = 5 mg/kg
		Triacetina	
		Tributil-citrato	
		1,1,3-tris-(2-metil-4-di-tridecilsfosfito-5-terz.butil-fenil)-butano addizionato di difenilfosfito	Per polietilene e polipropilene in quantità non superiore a 0,5 % sulla materia plastica
		Urea	
		Vetro fibre	
		Zinco carbonato	
		Zinco resinato	

* Nel caso in cui la verifica di conformità viene effettuata con il simulante D o nei mezzi di prova sostitutivi, di cui al D.M. 26.4.9, n. 220 e successive modificazioni i LMS si applicano a partire dal 1° luglio 2006.

ALLEGATO II - Sezione II - Gomme

La presente lista non fa riferimento alle dispersioni di gomma ed agli oggetti con esse preparati

PARTE A - Elastomeri

Condizioni, limitazioni e tolleranze di impiego

Polimeri e copolimeri ottenuti da:

a) *monomeri dienici*

butadiene

clorobutiadene

2,3-diclorobutadiene

isoprene

1,3-pentadiene

ciclopentadiene

metilpentadiene

esadiene

cicloottadiene

diciclopentadiene

metilennorbornene

etilennorbornene

b) *olefine*

etilene

propilene

buteni

isobuteni

penteni

c) *monomeri diversi da a) e b)*

stirene

α -metilstirene

divinilbenzene

acrilonitrile ⁽¹⁾

d) *monomeri per elastomeri speciali*

acetato di vinile

acidi grassi (C8-C24) saturi, insaturi e ossidrilati

acido acrilico e sali di sodio e di ammonio

acido adipico e sali di sodio e di ammonio

acido azelaico

acido crotonico e sali di sodio e di ammonio

acido ftalico (orto, iso, tere) e sali di sodio e di ammonio

acido fumarico e sali di sodio e di ammonio

acido itaconico e sali di sodio e di ammonio

acido linoleico/acido maleico e sali di sodio e di ammonio

acido metacrilico e sali di sodio e di ammonio

acido sebacico

acido vinilsolfonico e sali di sodio e di ammonio, e ammidie

acrilammide

acrilato di metile

acrilato di etile

acrilato di butile

acrilato di glicidile

alcool allilico

bisfenolo

1,4 e 2,3-butandiolo

cloroetilvinilacetato

cloroetilviniletere

cloruro di vinile ⁽²⁾

cloruro di vinilidene ⁽³⁾

3,3'-dicloro-4,4'-diammino-difenilmetano

dietilenglicol

Saggio limite delle ammine aromatiche
primarie
Purchè il prodotto finito non ceda

dietossididrochinone
2,4 e 2,6-difenilmetan-diisocianato

1,3-dimetilpropandiolo
epicloridrina
esafluoropropene
esametildiammina
esametildiisocianato
1,6-esandioli
etandiolo

etilendiammina
fluoruro di vinilidene
glicerina
glicol dimetacrilato
1-idropentafluoro propene
metacrilammide
metacrilato di metile
metacrilato di etile
metacrilato di butile
metilolacrilammide
1,5-naftilendiisocianato

neopentilglicol
organopolisilossani con gruppi:
metilici
vinilici
fenilici
fluorurati
ossido di etilene
ossido di propilene
pentaeritrite
1,2-propandiolo
1,3-propandiolo
sorbitolo
tetrafluoroetilene
2,4-toluidendiisocianato

2,6-toluidendiisocianato

trietilenglicol
trifenilmetandiisocianato

trimetilolpropano
e) altre sostanze macromolecolari:
alcool polivinilico
clorocaucciù
gomma ciclizzata
gomma naturale
polietilene clorosolfonato
polivinilpirrolidone
prodotti esteri tra colofonia, acido maleico e citrico con polialcooli C3-C6
resine maleiche modificate con colofonia ed acido abietico
resine terpeniche da dipentene, α -pinene, β -pinene
f) agenti acceleranti per la reticolazione:
acido benzoico
acido stearico
acido salicilico
anidride ftalica
carbammato di esametildrammina

glicoldietilenico
Saggio limite dei fenoli
Saggio limite delle ammine aromatiche primarie

Purchè il prodotto finito non ceda glicol etilenico

Saggio limite delle ammine aromatiche primarie

Saggio limite delle ammine aromatiche primarie
Saggio limite delle ammine aromatiche primarie

Saggio limite delle ammine aromatiche primarie

carbonati di zinco	
cicloesiltilammina	
dimetilditiocarbammato di sodio, zinco e rame	
dibutilditiocarbammato di sodio, zinco e rame	
etilfenilditiocarbammato di sodio, zinco e rame	Saggio limite dei diocarbammati
Pentametilditiocarbammato di sodio, zinco e rame	
difenilguanidina	Saggio limite delle ammine aromatiche primarie
di-ortotolilguanidina	
disolfuro di benzotiazile	Saggio limite del disolfuro di benzotiazile
Esametilentetrammina	
Formaldeide ⁽⁴⁾	
laurato di zinco	
maleato di zinco	Saggio limite della formaldeide
mercaptobenzimidazolo e sali di zinco	Saggio limite delle ammine aromatiche secondarie
2-mercaptobenzotiazolo sale di zinco	saggio limite del mercapto-benzotiazolo
Metilxantogenato di sodio e zinco	
etilxantogenato di sodio e zinco	
isopropilxantogenato di sodio e zinco	
butilxantigenato di sodio e zinco	Saggio limite dei Xantogenati
pentametilxantogenato di sodio e zinco	
tetrametiltiourame mono e disolfuro	
tetraetiltiourame disolfuro	Saggio limite dei tiourani
dimetilfeniltiourame	
tetrametiltiourame mono e disolfuro	
ortotolilbiguanide	Saggio limite delle ammine aromatiche secondarie
ossido di alluminio	
ossido di calcio	
ossido di magnesio	
ossido di zinco	
perossidi, idroperossidi, peracidi, persali e perchetali	
piperazina	Saggio limite dei perossidi
prodotto di condensazione di aldeide cinnamica ed esametildiammina	
prodotto di condensazione di formaldeide ⁽⁴⁾ con:	
cresoli	
fenolo	Saggio limite della formaldeide e dei fenoli.
Melammina	
resorcina	
xilenoli	
resorcinastearato di zinco	
esolfuro di pentametiltiourame	Saggio limite dei tiourami
tetrasolfuro di pentametiltiourame	
tiocarbamilide	
trietanolammina	
zolfo	

⁽¹⁾ D.M. [18.6.79](#) art. 3

Acrilonitrile e suoi copolimeri: non devono cedere acrilonitrile monomero secondo il metodo di analisi riportato nell'Allegato IV, Sez. 2, punto 7

⁽²⁾ D.M. [2.12.80](#) art. 2

"a) Non devono contenere cloruro di vinile monomero in quantità superiore a 1 mg/kg di prodotto finito secondo il metodo di analisi riportato nell'Allegato IV, Sez. 2, Punto 6;

b) non devono cedere ai prodotti alimentari, che sono stati o sono messi a contatto con gli oggetti fabbricati con dette resine, cloruro di vinile monomero rivelabile con il metodo di analisi riportato nell'Allegato IV, Sez. 2, Punto

6-bis, avente un limite di rivelabilità pari a 0,01 mg. per Kg".

(³) D.M. 18.6.79 art. 3

Cloruro di vinilidene e suoi copolimeri: non devono cedere cloruro di vinilidene monomero secondo il metodo di analisi riportato nell'Allegato IV Sez. 2 Punto 8.

(⁴) D.M. 2.6.82 art. 2 e D.M. 7.8.87

E' inclusa, per tutti gli oggetti finiti per la cui preparazione è utilizzata la formaldeide, la seguente limitazione: "debbono rispondere al saggio limite di cui all'Allegato IV, Sez. 2, Punto 1: non devono cioè cedere formaldeide in quantità superiore a 0,5/dm² ovvero 3 ppm rispetto alla capacità reale o calcolata dell'oggetto stesso".

PARTE B - Additivi per elastomeri

[(N.d.R.: secondo quanto disposto dall'art. 1 del D.M. 17 dicembre 1999, n. 538, le dizioni riguardanti le condizioni, limitazioni e tolleranze d'impiego degli esteri dell'acido ftalico devono leggersi come segue:

a) "In quantità non superiore al 5%, come somma di tutti gli ftalati, e non per gli alimenti per i quali è previsto l'impiego del simulante D. Non per le gomme destinate alla fabbricazione di articoli per la puericoltura", limitatamente a "butilbenzile ftalato, di-2-etilesile ftalato, di-isodecile ftalato e dibutile ftalato".

b) "In quantità non superiore al 5%, come somma di tutti gli ftalati, nelle gomme destinate al contatto con gli alimenti, con esclusione degli alimenti per i quali è previsto l'impiego del simulante D, ed in quelle destinate alla fabbricazione di articoli per la puericoltura", limitatamente a "dietile ftalato e diisottile ftalato".]

Condizioni, limitazioni e tolleranze di impiego

Acetati di sodio

Acido laurico

Acido oleico

Acido palmitico

Acido sorbico e sali di calcio e potassio

Acido tiodipropionico

Alcool acetilico

Alcool ottadecilico

Argille

Azodicarbonammide

Bentoniti

Benzoato di ammonio e sodio

Biossido di titanio

2,4-Bis (n-ottilitio)-6-(4'idrossi-3',5'-di-terz. butilnilino)-

1,3,5-triazina (D.M. 4.4.89)

2,4-Bis (ottilitio-metil)-6-metilfenolo (D.M. 3.6.94)

Alla dose massima dello 0,5% e non per alimenti per i quali è previsto l'impiego del simulante D

Con esclusione di elastomeri destinati al contatto con alimenti grassi (*Esclusione revocata da D.M. 24.9.96 n. 572*). Limite di migrazione specifica 6 ppm

Butilbenzilftalato

Se presente in quantità superiore al 5% sul prodotto finito non per alimenti per i quali è prevista la prova di migrazione con il simulante D

Caolini

Carbonato di calcio

Carbonato di magnesio

Cere microcristalline

Aventi i requisiti di purezza indicati nell'Allegato IV, Sez. 4, Punto 1.

Cloruro stannoso (D.M. 3.6.94)

Alla dose dello 0,6%

Colofonia

Colofonie disproporzionate

Colofonie esterificate con glicerina e pentaeritrite

Colofonie idrogenate

Dibutilftalato

Se presente in quantità superiore al 5% sul prodotto finito non per alimenti per i quali è prevista la prova con il simulante D

Ditultisebacato

Di-2-etilesile adipato	Solamente per acqua, ghiaccio, ghiaccioli e per ortaggi e frutta freschi, secchi e per tartufi; nel caso di capsule, guarnizioni e simili, limitatamente agli alimenti per i quali è previsto l'impiego dei simulanti A e B (con esclusione di carne e derivati, latte e derivati) del simulante C e quelli per i quali non sono previste prove di migrazione
Di-2-etilesile ftalato	Solamente per acqua, ghiaccio, ghiaccioli e per ortaggi e frutta freschi, secchi, e per tartufi; nel caso di capsule, guarnizioni e simili, limitatamente agli alimenti per i quali è previsto l'impiego dei simulanti A e B (con esclusione di carne e derivati, latte e derivati) del simulante C e quelli per i quali non sono previste prove di migrazione
Di-2-etilesile sebacato Dietilftalato	Se presente in quantità superiore al 5% sul prodotto finito non per alimenti per i quali è prevista la prova di migrazione con il simulante D
Diisobutile adipato Diisodecile ftalato	Se presente in quantità superiore al 5% sul prodotto finito non per alimenti per i quali è prevista la prova di migrazione con il simulante D
Diisooottilftalato	Se presente in quantità superiore al 5% sul prodotto finito non per alimenti per i quali è prevista la prova di migrazione con il simulante D
Ditiopropionato di cetile Ditiopropionato di laurile Ditiopropionato di stearile 2,6-Di terz.butil-4-metilfenolo Esteri metilici della colofonia idrogenata Fenoli e/o metilfenoli condensati con stirene e/o α -metil-stirene Gallato di dodecile Gallato di ottile Gallato di propile Lecitina 1,3-(2'-metil-4'-idrossi-5'-terz. butil-fenil)-butani 2,2'-Metilenebis-(4-etil-6-terz. butilfenolo) 2,2'-Metilenebis-(4-metil-6-terz. butilfenolo) Nero di carbone	Requisiti di purezza indicati nell' <i>Allegato IV, Sez. 4, Punto 3</i>
n.-Ottadecil- β (4'-idrossi-3,5-di-terz.butilenil)-propionato 2-n-Ottilitio-4,6-/(4'-idrossi-3',5'-di-terz. Butil) fenossi/-1,3,5-triazina Oli minerali paraffinici	Requisiti di purezza indicati nell' <i>Allegato IV, Sez. 4, Punto 2</i>
Oli siliconici Oli vegetali ed animali Olio di soja epossidato Paraffine	Requisiti di purezza indicati nell' <i>Allegato IV, Sez. 4, Punto 1</i>
Poliglicoli	Purchè il prodotto finito non ceda glicoli mono e dietilenico
Polimeri derivati dalla esterificazione di uno o più acidi organici mono e policarbossilici sottoelencati, con uno o più alcoli mono e polivalenti pure sottoelencati: <i>Acidi:</i> acetico acrilico adipico azelaico	

caprilico
crotonico
ftalico e isomeri
fumarico
grassi di cocco
grassi di tallolio
itaconico
maleico
palmitico
sebacico
stearico
Alcooli:
bisfenolo
butandioli
butilalcooli
cicloesilalcool
N.decilalcoole
esandioli glicerina

glicoli mono, di e polietilenico

Purchè il prodotto finito non ceda glicoli mono e dietilenico

Glicoli mono, di e polipropilenico

Purchè il prodotto finito non ceda glicoli mono e dietilenico

Isodecilalcoole
neopentilglicol

Purchè il prodotto finito non ceda glicoli mono e dietilenico

Ottalalcooli:
pentaeritrite
sorbitolo

Prodotto di reazione del 4-metilfenolo con diciclopentadiene e successiva alchilazione con isobutile (*D.M. 3.6.94*)

Non per alimenti per i quali è prevista la prova con il simulante D. Limite di migrazione specifica 30 ppm

Silicati e silicati idrati di alluminio, calcio e magnesio
Silice e silici idrate
Siliconi in emulsione

Solfato di bario
Solfato di calcio
Solfato di potassio
Talco

Bario solubile in HCl 0,1N: al massimo 0,01%

Tetrakis/metilene (3,5-diterz:butil-4-idrossi-idrocinnamato)/-metano
2 e 3-terz. butil-4-idrossianisolo 1,3,5-Trimetil-2,4,6-tris-(3',5'-di-terz. butil-4'-idrossibenzil)-benzene
Tris(mono e/o dinomil)-fenil-fosfito (*D.M. 4.4.85*)
Tris- (2-4-di terz. butil fenil) difosfito

Per gomma butadienica in quantità non superiore allo 0,4 per cento e non per alimenti per i quali è previsto l'impiego del simulante D

Urea

ALLEGATO II - Sezione 3 - Cellulosa rigenerata

[(N.d.R.: secondo quanto disposto dall'art. 2 del D.M. 2 giugno 1982 "E' inclusa, per tutti gli oggetti finiti per la cui preparazione è utilizzata formaldeide, la seguente limitazione: debbono rispondere al saggio limite di cui all'allegato IV - Sez. 2, punto 1: non devono cioè cedere formaldeide in quantità superiore a 1 mg/dm² ovvero 6 ppm rispetto alla capacità reale o calcolata dell'oggetto stesso.")]

Parte A - Costituenti delle pellicole di cellulosa rigenerata normale

Cellulosa rigenerata	Contenuto minimo: 72% sulla cellulosa rigenerata normale anidra
Ammorbidenti:	Contenuto massimo complessivo: 27,4% sulla cellulosa rigenerata normale anidra
Glicerina Glicole propilenico Glicole trietilenico Glicoli polietilenici con peso molecolare da 200 a 4000 Sorbitolo Urea	
Additivi:	
Acido acetico	Quale regolatore di pH
Acido citrico	
Acido formico	Quale regolatore di pH
Acido lattico	Quale regolatore di pH
Sodio propionato	
Acido silicico	
Ammidi dell'acido becnico, erucico, linoleico, oleico, palmitico e stearico	Contenuto massimo complessivo: 0,6% sulla cellulosa rigenerata normale anidra
Esteri di glicerina e/o sorbitolo con acido erucico, ftalico, linoleico, miristico, oleico, pelargonico, palmitico, ricinoleico e stearico Esteri di glicole di e trietilenico con acido stearico Polietilenammino-stearammide-etil-solfato Polietileneimmina Prodotti di condensazione di formaldeide e melammina Silice	
Talco	
Acido tartarico	
Biossido di manganese	
Polialchilenammine cationiche reticolate	
Sodio dodecilbenzensolfonato	Complessivamente in quantità non superiore a 40 mg/dm ² su lato in contatto con l'alimento

Parte B - Vernici per pellicole mono o bilaccate

Resine: colofonia e colofonia polimerizzata Polimeri e copolimeri di due o più dei seguenti composti: Acetato di vinile Acido acrilico, crotonico, ftalico, itaconico, metacrilico e loro esteri	
--	--

<p>Anidride maleica Alfametilstirene, butadiene, divinilbenzene e stirene Cloruri di vinile e vinilidene Nitrili acrilico e metacrilico Olefine Esteri del glicole dietilenico col prodotto di addizione di betapinene e/o dipentene e/o diterpene e anidride maleica Etilcellulosa Nitrocellulosa Polibetapinene Poliuretani Prodotti di condensazione del tipo estere fra colofonia, acido maleico e citrico con polialcoli contenenti nella molecola da 3 a 6 atomi di C Prodotti di condensazione di formaldeide con urea Prodotti di condensazione di formaldeide e toluolsolfonammide Resina Damar Resine epossidiche Resine gliceroftaliche modificate con olio e stirene Resine maleiche con colofonia e acido abietico Resine ureiche modificate con alcool butilico</p>	
<p><i>Plastificanti per resine</i> Acetiltributilcitrato Butilftalilbutilglicolato Dibutil e Diisobutilftalato Diciloesilftalato 2-Etilsildifenilfosfato Dimetilcicloesilftalato Dimetil-dialchil (C14-C12) ammonio cloruro</p>	<p>Come disperdente di agenti lubrificanti in quantità massima di 0,001 mq/dm²</p>
<p>Metilftaliletilglicolato Polietilene adipato Polipropilene adipato</p>	
<p><i>Altri componenti ausiliari</i> (oltre quelli indicati alla Parte A sotto la voce Additivi) Acido ascorbico e suoi sali di calcio e di potassio Acido salicilico Acido sorbico e suoi sali di calcio e di potassio Acido arachico, beenico, itaconico, lignicerico, maleico, oleico, palmitico, ricinoleico e stearico Amido Bis-stearoetilendiammino Butilidrossianisolo</p>	

<p>Butilidrossitoluolo Calcio cloruro Caseina Cera carnauba Cera montana</p>	
<p>N,N'-dioleiletildiammina Eptanoati e ottoati, palmitati, ricinoleati e stearati di alluminio, calcio, litio, magnesio, manganese, potassio, sodio, zinco Etere di pentaeritrite con acido stearico Esteri dell'acido montanico con etandiolo e/o 1,3-butandiolo Gelatina commestibile Olio di ricino e suoi prodotti di disidratazione, idrogenazione e/o condensazione con acidi adipico, ftalico e sebacico Olii silconici Ossidi, silicati e silicati idrati di alluminio, calcio e magnesio</p>	
<p>Paraffina</p>	<p>Corrispondente al requisiti di purezza indicati nell'Allegato IV, Sezione 4, Punto 1</p>
<p>Propilgallato Sodio laurilsolfato Stearilmonoetanolammina stearato Titanio biossido Vaniglina ed etilvaniglina</p>	

Parte C - Solventi

<p>Acetati di butile, etile, isobutile, isopropile, metile, propile Acetone Alcooli: butilico, etilico, 2-etilesilico, isobutilico, isopropilico, metilico e propilico Cicloesano Cicloesanone Diossano Eptano Esano Metilene cloruro Metiletichetone Metilisobutilchetone 2-Nitropropano Ottano Tetracloroetilene Tetraidrofurano Toluolo Tricloroetilene</p>	<p>- Secondo buona tecnica industriale</p>
<p>Xilolo Etilenglicole -monobutiletere, -monoetilere, -monometilere e loro acetati Polipropilenglicole - monobutiletere</p>	

Parte D - Adesivi di accoppiamento
(oltre alle sostanze di cui alle parti A, B e C della presente Sezione)

<p>Acido abietinico, suoi esteri e sali di sodio e potassio, Alcool abietinico e suoi esteri Alcool polivinilico Butil-caucciù Carbossimetilcellulosa Carbossimetilidrossietilcellulosa Cellulosa acetobutirrato ed acetato</p>	
<p>Cere microcristalline</p>	<p>Corrispondenti ai requisiti di purezza indicati nell'Allegato IV, Sezione 4, Punto 1</p>
<p>Ceresina e ozocherite purificata Diisooftil- e diottil-ftalato Polimeri degli acrilati di etile, butile e metile Polimeri derivati dalla esterificazione di uno o più degli acidi mono e poli-carbossilici sottoelencati con uno o più degli alcoli polivalenti pure sottoelencati; reticolati con stirene e/o alfa-metilstirene e monomeri vinilici: acidi: acrilico, adipico, caprilico, crotonico, ftalico e isomeri, fumarico, grassi di cocco, grassi di tallolio, itaconico, maleico, sebacico alcoli: glicerina, glicoli mono e dietilenico, trietilenir o, mono e di-propilenico, neopentilglicol, pentacritrite sorbitolo, trimetilolpropano, bisfenolo sale tetrasodico dell'acido etilendiamminotetracetico;(9b)</p>	
<p>magnesio solfato; (9b) lecitina; (9b)</p>	
<p>p-clorometacresolo</p>	<p>L'impiego è ammesso limitatamente alle materie plastiche a condizione che il controllo della migrazione avvenga con il metodo riportato dal decreto ministeriale 21 marzo 1973 - allegato IV, sezione 3 e successivi aggiornamenti, nel rispetto dei limiti ivi indicati; (9b)</p>
<p>Polimeri e copolimeri derivati dalla polimerizzazione di uno o più dei seguenti composti: Acido acrilico e suoi esteri Acido crotonico e suoi esteri Acido maleico e suoi esteri Etilene Vinilacetato Vinileteri Vinilpropionato Sodio benzoato Triacetina Trietanelammina</p>	

Parte A - Costituenti della carte e dei cartoni

	<i>Condizioni, limitazione e tolleranze d'impiego</i>
1) Materie fibrose:	
Materie fibrose cellulosiche di primo impiego, naturali (meccaniche, chimiche, semichimiche gregge, bianchite, semibianchite) o artificiali	Per alimenti per i quali è prevista la prova di migrazione: almeno il 75%; per alimenti per i quali non è prevista la prova di migrazione: almeno il 60%. Gli oggetti finiti devono possedere i requisiti di purezza indicati nell'Allegato IV, Sezione 6°
Materie fibrose sintetiche di primo impiego	Non più del 20% sulle materie fibrose e comunque rispondenti alle norme del <i>D.M. 21.3.73</i> modificato per ultimo con il <i>D.M. 30.10.91</i> , n. 408. In particolare, gli oggetti finiti devono possedere i requisiti di purezza indicati nell'Allegato IV, Sez. 6
Materie fibrose cellulosiche provenienti da carte, cartoni e altri manufatti cartari	Soltanto per alimenti per i quali non è prevista la prova di migrazione e a condizione che le carte e i cartoni con esse preparate corrispondano alle prescrizioni del presente decreto. In particolare, gli oggetti finiti devono possedere i requisiti di purezza indicati nell'allegato IV, Sez. 6
2) Sostanze di carica:	Per alimenti per i quali è prevista la prova di migrazione: al massimo 10%; per alimenti per i quali non è prevista la prova di migrazione in totale al massimo 25%
Biossido di silicio, ossidi e silicati di alluminio, sodio potassio, calcio e magnesio Biossido di titanio Carbonati di calcio e di magnesio	Limitatamente agli alimenti per i quali non sono previste prove di cessione
Carbonato di zinco	Limitatamente agli alimenti per i quali non sono previste prove di cessione
Idrossido di manganese	Limitatamente agli alimenti per i quali non sono previste prove di cessione
Ossido di manganese	Limitatamente agli alimenti per i quali non sono previste prove di cessione
Silicato naturale al litio e alluminio	Limitatamente agli alimenti per i quali non sono previste prove di cessione
Silicato naturale di zirconio	Limitatamente agli alimenti per i quali non sono previste prove di cessione
Solfato di bario	Bario solubile in HCl 0,1N: al massimo 0,01%
Solfato di calcio	
Solfo alluminati di calcio (bianco satin)	
Solfuro di zinco (litopone) (esente da bario idrosolubile)	Limitatamente agli alimenti per i quali non sono previste prove di In totale al massimo 15% di cui 10% solubili o parzialmente solubili in acqua e/o solvente e 5% insolubili in acqua e/o solvente (per "solvente" si intende la miscela etanolo: benzene 1:2) cessione
3) Sostanze ausiliarie	
a) Solubili e/o parzialmente solubili in acqua e solvente:	
Acido benzoico e suoi sali di sodio, potassio e calcio Acido sorbico e suoi sali di sodio, potassio e calcio	
Acido propionico e suoi sali di sodio e potassio e calcio	Non rivelabili al saggio limite indicato nell' <i>Allegato IV, Sez. 3, Punto 6</i>
Alchilchetene dimero con radicale alchilico da C10 al C15	Al massimo 0,5%
Alcool polivinilico	Non per alimenti per i quali sia prevista una prova di

	migrazione con i simulanti A, B, C
Alginati e mannogalattani Amidi e fecole, nativi o modificati, loro eteri e loro esteri dell'acido fosforico, ad esclusione di quelli modificati con acido borico Anidridi di cadi grassi da C12 a C24 e loro sali di alluminio, magnesio, calcio, sodio e potassio	
Cere microcristalline e paraffine	Aventi i requisiti di purezza indicati nell' <i>Allegato IV, Sez. 4, Punto 1.</i>
Cloruri di calcio e di sodio Colofonia, tallolio raffinato e loro derivati con acido maleico e/o fumarico	
Copolimero di stirene e anidride maleica (D.M. 18.6.79)	Al massimo 0,5%. Deve essere esente da monomeri. Le carte e i cartoni così trattati devono rispondere alle norme previste nel titolo II, capo I del D.M. 21.3.73
Copolimero perfluoroalchilacrilato	per il trattamento di carte e cartoni in quantità non superiore allo 0,5% p/p
Eteri della cellulosa	
Glicerina	
Olio di vasellina	Aventi i requisiti di purezza indicati nell' <i>Allegato IV, Sez. 4, Punto 2</i>
Organopolisilossani con gruppi metilici e/o fenilici	
Polietilenglicole	Con peso molecolare superiore a 200 ed esente da mono e dietilenglicol
Polipropilenglicole	Con peso molecolare superiore a 200
Resina poliammidica - epicloridrica ottenuta da acido adipico, dietilentriammina biscloridrina e dimetilammina (D.M. 18.6.79)	Come agente di ritenzione e flocculante in quantità non superiore a 0,20% e comunque soltanto per carte e cartoni destinati al contatto con alimenti per i quali non è prevista prova di migrazione. Deve rispondere al saggio, di cui all' <i>Allegato IV, Sezione 3°, Punto 2</i> del D.M. 21.3.73
Resina poliammidica-epicloridrica ottenuta da acido adipico, dietilentriammina e epicloridrina (D.M. 18.6.79)	Per il trattamento di carte e cartoni, in quantità non superiore a 0,25% se aggiunta al foglio come agente di ritenzione e flocculante, in quantità non superiore a 1,5% se aggiunta alla polpa cellulosa per migliorare la resistenza all'umidità; in ogni caso purchè il prodotto finito risponda alle norme previste nel titolo II, capo I del D.M. 21.3.73 in particolare non ceda epicloridrina e corrisponda ai saggi indicati nell' <i>Allegato IV, Sezione 3, Punti 2, 4 e 5</i>
Urea	
Zuccheri e alcoli degli zuccheri	
b) Insolubili in acqua e solvente	
Caseina, proteine di soja o di mais, esenti da boro	
Complesso di cromo trivalente	Cessione massima di cromo trivalente: 0,1 p.p.m. o 0,02 mg/dm ²
Polialchilenammine cationiche reticolate	
Polietilenimmina	Al massimo 0,5% e purchè il prodotto finito non ceda etilenimmina
Resine urea-formaldeide e melamina-formaldeide	Cessione massima totale di formaldeide: 0,5 mg/dm ²

4) Imbiancanti ottici

N°	DENOMINAZIONE	N° CAS	N° EINECS

1	4,4-bis[[4-[bis(2-idrossietil)ammino]-6-(4-solfonatoanilino)-1,3,5-triazin-2-il]ammino]stilben-2,2'-disolfonato]di tetrasodio	16470-24-9	240-521-2
2	Acido 2,2'-(1,2-etendiil)bis[5-[(4-[bis(2-idrossietil)ammino]-6-[(4-sulfofenil)ammino]-1,3,5-triazin-2-il]ammino)] benzensolfonico, sale di disodio	40193-55-9	
3	2,2'-[vinilenbis(3-solfonato-4,1-fenilen)immino[6-[bis(2-idrossietil)ammino]-1,3,5-triazin-4,2-diil]immino]]bis(benzen-1,4-disolfonato) di esasodio	68971-49-3	273-468-9
4	Acido 4,4'-bis[4-[bis(2-idrossietil)ammino]-6-[(4-sulfofenil)ammino]-1,3,5-triazin-2-il]ammino]stilben-2,2'-disolfonico, sale di sodio, composto con 2,2'-imminodietanolo	93965-02-7	300-949-3
5	2,2'-[vinilenbis(3-solfonato-4,1-fenilen)immino[6-(diethylammino)-1,3,5-triazin-4,2-diil]immino]bis(benzen-1,4-disolfonato) di esasodio	41098-56-0	255-27-5
6	2,2'-([1,1'-bifenil]-4,4'-diildivinilen)bis(benzensolfonato)di disodio	27344-41-8	248-421-0
7	4,4'-bis[6-anilino-4-[bis(2-idrossietil)ammino]-1,3,5-triazin-2-il]ammino]stilben-2,2'-disolfonato di dipotassio	71230-67-6	275-279-7
8	4,4'-bis[[4-[(2-cianoetil)(2-idrossietil)ammino]-6-[(4-solfonatofenil)ammino]-1,3,5-triazin-2-il]ammino]stilben-2,2'-disolfonato di tetrasodio	37515-76-7	253-535-9
9	Acido 1,4-benzenedisolfonico, 2,2'-[1,2-etendiilbis(3-solfo-4,1-fenilene)immino[6-[(2-cianoetil)2-	76508-02-6	

	idrossipropil)ammino]-1,3,5-triazina-4,2-diil]immino]]bis-,sale di es sodio		
10	Sale disodico, dell'acido benzensolfonico, 2,2'-(1,2-etenediil)bis 5-[[[4-[(3-ammino-3-ossopropil)(2-idrossietil)ammino]-6-(fenilammino)-1,3,5-triazin-2-il]ammino	27344-06-5	
11	2,2'-[vinilenbis(3-solfonato-4,1-fenilen)immino[6-[3-ammino-3-ossopropil)fenilmetil)ammino]-1,3,5-triazin-4,2-diil]immino]]bis(benzen-1,4-disolfonato) di es sodio	68134-04-3	268-725-7
12	Glicina, N,N'-[1,2-etenediilbis(3-solfo-4,1-fenilene)immino[6-[(4-solfofenil)ammino]-1,3,5-triazina-4,2-diil]]bis[N-(carbossimetil)-,sale di ottasodio	174305-36-3	

Parte B: Coadiuvanti tecnologici di lavorazione

Acidi: solforico, cloridrico, acetico, lattico, tartarico e loro sali di sodio, potassio, alluminio e calcio	
Acido formico e suoi sali di sodio, potassio e alluminio <TDTOP"Non rivelabi al saggio limite indicato nell'Allegato IV, Sez. 3, Punto 6	
Alcoli alifatici da C8 a C24 Alchilsolfonammidi da C12 a C20	
Aldeide glutarica (D.M. 15.7.93)	Non rivelabile al saggio limite indicato nell'Allegato IV, Sez. 3, Punto 6
Alluminati di sodio e di calcio	
Ammonio-bis-(N-etil-2- perfluoroottansulfonamido-etil) fosfato contenente non più del 15% di ammonio-mono N-etil-2 perfluoroottan sulfonammido-etil) fosfato (D.M. 18.6.79)	Come gente repellente all'olio ed all'acqua nel trattamento di carte e cartoni, in quantità non superiore a 0,5%, in peso riferito al prodotto finito e secco e non per alimenti per i quali è prevista la prova con il simulante C. Le

	carte ed i cartoni così trattati devono rispondere alle norme previste nel titolo II capo I del D.M. 21.3.73
5-Cloro-2-metil-4-isotiazolin-3-one e 2-metil-4-isotiazolin-3-one (D.M. 7.8.87)	A condizione che il residuo cedibile della carta e del cartone non superi 0,1 ppm
Cloriti Cloruri e solfati di ferro	
Esametilentetrammina	Cessione massima di formaldeide: 0,5 mg/dm ²
Esteri di poliossietilene (numeri di gruppi ossietilenici tra 8 e 14) con acidi grassi lineari, saturi o insaturi con un numero pari di atomi di carbonio compreso tra C8 e C20 alla dose massima dell'1%	
Etilendiammina (D.M. 18.6.79)	Come coformulante nei prodotti antilimo. Non rilevabile al saggio limite indicato nell'Allegato IV, Sez. 3, Punto 6
Mono e polifosfati alcalini Olio di pino raffinato	
Perossidi Bisolfito di sodio	
Ortofenilfenolo e ortofenilfenato sodico Ditiocarbammati alcalini 1,2 -benzilisotiazolin-3-one 2-bromo-4'-idrossiacetofenone 2-idrossipropilmetantiosolfonato 2-tiocianometil-tiobenzotiazolo	Non rilevabili al saggio limite indicato nell'Allegato IV, sez. 3, Punto 6
Poliacrilammide	Contenente non più di 0,2% di acrilammide monomero; dose di impiego al massimo 0,3%.
Polivinilpirrolidone	Con peso molecolare minimo 11.000
Prodotti di condensazione di acidi, solfonici aromatici con formaldeide	Cessione massima totale di formaldeide: 0,5 mg/dm ²
Prodotti di condensazione di urea, dicianidammide, melammina con formaldeide	Dose di impiego al massimo 1,0%; cessione massima totale di formaldeide: 0,5 mg/dm ²
Propilenglicole	
Dipropilenglicol purchè esente da dietilenglicole Gomma Xanthano	Se utilizzate come veicoli per conservativi, non devono essere rivelabili al saggio limite indicato nell'Allegato IV, Sez.

	3, Punto 6
Sodio Lignosulfonato	
Sali di ammonio di esteri di acidi fosforici perfluoroalchil sostituiti formati dalla reazione di 2,2'-bis[α , ω -perfluoro Ca-C2' alchil]metil]-1,3-propandiolo, acido polifosforico e idrossido di ammonio alla concentrazione massima dello 0,44% p/p nel prodotto finito secco	
Sali di metalli alcalini dell'acido etilendiamminotetracetico e suoi omologhi	
Sali di sodio, potassio, calcio e magnesio di acidi lignosolfonici	
Tannino	
1-bromo-3-cloro-5,5-dimetil-2,4-imidazolidinedione	

ALLEGATO II - Sezione V - Vetro

<i>Categorie di vetro autorizzate all'impiego</i>	<i>Condizioni, limitazioni e tolleranze d'impiego</i>
Categoria A: Vetri borosilicati e sodico-calcici, incolori o colorati	Per contenitori in qualsiasi condizione di contatto con gli alimenti, compresa la sterilizzazione
Categoria B: vetri sodico-calcici, anche opacizzati (vetro opale bianco e colorato).	Per contenitori e vasellame da utilizzare in condizioni di contatto non superiori a 80°C
Categoria C: vetri al piombo	Per vasellame e bicchieri destinati a contatto breve e ripetuto: limite di cessione di piombo: 0,3 ppm

ALLEGATO II - Sezione VI - Acciai inossidabili

Tipi di acciai inossidabili autorizzati all'impiego

I seguenti tipi di acciai inossidabili possono essere impiegati in contatto con alimenti; ciascun tipo viene indicato con la sigla che ne caratterizza la composizione chimica secondo l'Ente Nazionale Italiano di Unificazione (Norma UNI 6900, 1971) e secondo l'American Iron and Steel Institute (manuale A.I.S.I., revisione 1969).

UNI			A.I.S.I.
	corrispondente	a	202
X12CrNi17 07	»	»	301
X10CrNi18 09	»	»	302
X10CrNiS18 09	»	»	303
	»	»	303 Se
X5CrNi18 10	»	»	304
X2CrNi18 11	»	»	304 L

X8CrNi18 12	»	»	305
	»	»	308
X5CrNiMo17 12	»	»	316
X2CrNiMo17 12	»	»	316 L
X6CrNiMoTi17 12	»	»	316 Ti (D.M. 2.6.82)
X6CrNiTi18 11	»	»	321
	»	»	329 (D.M. 4.4.85)
	»	»	329 N (D.M. 4.4.85)
X6CrNiNb18 11	»	»	347
X12Cr13	»	»	410
X12CrS13	»	»	416
X20Cr13	»	»	420
X30Cr13	»	»	420
X40Cr14	»	»	420
X8Cr17	»	»	430
X10CrS17	»	»	430 F
X16CrNi16	»	»	431
	»	»	440 (D.M. 6.2.97) Per articoli destinati a contatto momentaneo a temperatura ambiente per alimenti per i quali sono previste prove di migrazione con i simulanti A e D
S.I.S			A.I.S.I.
2392	»	»	316 N
2319	»	»	414
			AISI 630

Da Decr. 30.10.91

SIS			DIN
2377			X2CrNiMoN225 D.M. 30.10.91

SIS			
2389	Corrispondente alla sigla tedesca		WERKSTOFF n. 14590 D.M. 30.10.91

a condizione che gli oggetti fabbricati con i due acciai citati siano destinati esclusivamente:

- ad uso ripetuto di breve durata a caldo o a temperatura ambiente;
- ad uso prolungato a temperatura ambiente limitatamente agli alimenti del tipo II di cui all'allegato III del D.M. 21.3.73.

SA.F.	Corrispondente	a	DIN
2304	»	»	X2CrNiN234 D.M. 30.10.91

ALLEGATO III - SIMULANTI DA IMPIEGARE PER LA VERIFICA DELLA MIGRAZIONE DEI COSTITUENTI DEI MATERIALI E DEGLI OGGETTI

1. Nella tabella che figura qui appresso e che comporta un elenco esemplificativo dei prodotti alimentari, i simulanti da impiegare nelle prove di migrazione in corrispondenza del prodotto alimentare o del gruppo di prodotti alimentari sono indicati con le abbreviazioni seguenti:

simulante A:

acqua distillata o acqua di qualità equivalente;

simulante B:

acido acetico al 3% (p/v) in soluzione acquosa;

simulante C:

etanolo al 15% (v/v) in soluzione acquosa;

simulante D:

olio di oliva rettificato; se per motivi tecnici connessi con il metodo d'analisi è necessario utilizzare altri simulanti, l'olio d'oliva deve essere sostituito da una miscela di trigliceridi sintetici o dall'olio di girasole.

Caratteristiche dell'olio d'oliva rettificato

Numero di iodio (Wijs) =80-88

Indice di rifrazione a 25° C =1,4665-1,4679

Acidità (espressa in % acido oleico) =0,5% max

Numero di perossidi (espressi in milliequivalenti di ossigeno per kg di olio) =10 max

Composizione di una miscela di trigliceridi sintetici

Distribuzione dell'acido grasso

Numero di atomi C nel altri	6	8	10	12	14	16	18
residuo di acido grasso							
Zona GLC (%)	1	6-9	8-11	45-52	12-15	8-10	8-12
≤1							

Purezza:

Tenore di monogliceridi (determinato per via enzimatica)	0,2%
Tenore di digliceridi (determinato per via enzimatica)	2,0%
Sostanze non saponificabili	0,2%
Numero di iodio (Wijs)	0,1 %
Acidità	0,1%
Tenore d'acqua (K. Fischer)	0,1%
Punto di fusione	28 ± 2°C

Spettro di assorbimento tipico (spessore dello strato: d= 1 cm; riferimento: acqua a 35°C)

Lunghezza d'onda (nm)	290	310	330	350	370	390	430	470
510								
Trasmittanza (%)	2	15	37	64	80	88	95	97
							98	

Minimo 10% di trasmittanza della luce a 310 nm (cella di 1 cm, riferimento: acqua a 35°C)

(3) Caratteristiche dell'olio di girasole

Numero di iodio (Wijs)	= 120-145
Indice di rifrazione a 20°C	= 1,474-1,476
Indice di saponificazione	= 188-193
Densità relativa a 20° C	= 0,918-0,925
Materie non saponificabili	= 0,5%-1,5%

2. per ogni prodotto alimentare o per ogni gruppo di prodotti alimentari si impiegano solo il simulante o i simulanti indicati con il segno X, utilizzando per ciascun simulante un nuovo campione dei materiali e oggetti in questione. L'assenza del segno X indica che per quella voce o sottovoce non è richiesta alcuna prova di migrazione.

3. Quando accanto al segno X e separato da esso da una barra compare un numero, dividere il risultato delle prove di migrazione per il numero stesso. Tale numero, detto "coefficiente di riduzione", tiene convenzionalmente conto

del maggior potere estraente del simulante degli alimenti grassi rispetto a certi tipi di prodotti alimentari.

4. Quando accanto al segno X compare tra parentesi la lettera a, utilizzare solo uno dei due simulanti indicati:

- se il pH del prodotto alimentare è superiore a 4,5, utilizzare il simulante A,

- se il pH del prodotto alimentare è inferiore o uguale a 4,5, utilizzare il simulante B.

5. Se il prodotto alimentare è indicato nell'elenco sia con una voce specifica, sia con una voce generale, impiegare solo i(i) simulanti (e) previsti (o) sotto la voce specifica.

TABELLA

Numero di riferimento	Denominazione degli alimenti	Simulanti da utilizzare				
		A	B	C	D	
0.1	Bevande					
01.01	Bevande non alcoliche o bevande con gradazione alcolica inferiore a 5% vol :Acque, sidri, succhi di frutta o di ortaggi semplici o concentrati, mosti, cremogenati di frutta, limonate, soda, sciroppi, bitter, infusi vegetali, caffè, tè, cioccolato liquido, birre ed altri	X(a)	X(a)			
01.02	Bevande con gradazione alcolica eguale o superiore a 5% vol : Bevande indicate alla voce 01.01 ma con gradazione alcolica eguale o superiore a 5% vol :					
	Vini, acquavite, liquori		X (*)	X (**)		
01.03	Altri: alcole etilico non denaturato		X (*)	X (**)		
02.	Cereali, derivati di cereali, prodotti della biscotteria, della panetteria e della pasticceria					
02.01	Amidi e fecole					
02.02	Cereali allo stato originario, in fiocchi, in pagliuzze (compresi pop corn, corn flakes e simili)					
02.03	Farine di cereali e semole					
02.04	Paste alimentari					
02.05	Prodotti della panetteria secca, della biscotteria e delle pasticceria secca					
	A. aventi sostanze grasse in superficie				X/5	
	B altri					
2.06	Prodotti della panetteria e della pasticceria fresca					
	A. aventi sostanze grasse in superficie				X/5	
	B altri	X				
03.	Cioccolato, zucchero e loro derivati, dolciumi					
03.01	Cioccolato, prodotti rivestiti di cioccolato, succedanei e prodotti rivestiti di succedanei				X/5	
03.02	Dolciumi:					
	A. sotto forma solida					
	I. aventi sostanze grasse in superficie				X/5	
	II altri					
	B sotto forma di pasta					
	I. aventi sostanze grasse in superficie				X/3	
	II. umidi	X				
03.03	Zuccheri e prodotti a base di zuccheri					
	A. Sotto forma solida					
	B. Miele e simili	X				
	C. Melassa e sciroppi di zucchero	X				
04.	Frutta, ortaggi e derivati					
04.01	Frutta intera, fresca o refrigerata					
04.02	Frutta trasformata					

	A. Frutta secca o disidratata, intera o sotto forma di farina o di polvere					
	B. Frutta in pezzi o sotto forma di purea o di pasta	X(a)	X(a)			
	C. Frutta conservata (marmellata e prodotti simili - frutta intera o in pezzi, o sotto forma di farina o di polvere, conservate in un mezzo liquido):					
	I. in mezzo acquoso	X(a)	X(a)			
	II. in mezzo oleoso	X(a)	X(a)		X	
	III. in mezzo alcolico (> 5% vol)		X(*)	X		
04.03	Frutta in guscio (arachidi, castagne, mandorle, marroni, nocciole, noci comuni, pinoli e simili):					
	A. sbucciata, secca					
	B. sbucciata e tostata				X/5 (***)	
	C sotto forma di pasta o di crema	X			X/3 (***)	
04.04	Ortaggi interi, freschi o refrigerati					
04.05	Ortaggi trasformati					
	A. Ortaggi secchi o disidratati, interi o sotto forma di farina o di polvere					
	B. Ortaggi in pezzi, sotto forma di purea	X(a)	X(a)			
	C. Ortaggi conservati:					
	I. in mezzo acquoso	X(a)	X(a)			
	II. in mezzo oleoso	X(a)	X(a)		X	
	III in mezzo alcolico (> 5% vol)		X (*)	X		
05	Grassi e oli					
05.01	Grassi e oli animali e vegetali, naturali o lavorati (compresi il burro di cacao, lo strutto, il burro fuso)				X	
05.02	Margarina, burro ed altri grassi costituiti da emulsioni di acqua in olio				X/2	
06.	Prodotti animali e uova					
06.01	Pesci:					
	A. freschi, refrigerati, salati, affumicati	X			X/3 (***)	
	B. sotto forma di pasta	X			X/3 (***)	
06.02	Crostacei e molluschi (compresi le ostriche, i mitili, le lumache), non naturalmente protetti dalla loro conchiglia	X				
06.03	Carni d'ogni specie zoologica (compresi i volatili e la selvaggina)					
	A. fresche, refrigerate, salate, affumicate	X			X/4	
	B. sotto forma di pasta, di crema	X			X/4	
06.04	Prodotti trasformati a base di carne (prosciutto, salame, pancetta ed altri)	X			X/4	
06.05	Conserven e semiconserve di carne e di pesce:					
	A. in mezzo acquoso	X (a)	X (a)			

	B. in mezzo oleoso	X (a)	X (a)	X	
06.06	Uova senza guscio				
	A. in polvere o secche				
	B. altre X				
06.07	Giallo d'uovo:				
	A. liquido	X			
	B. in polvere o congelato				
06.08	Bianco d'uovo secco				
07.	Prodotti lattieri				
07.01	Latte				
	A. intero	X			
	B. parzialmente disidratato	X			
	C. parzialmente o totalmente scremato	X			
	D. totalmente disidratato	X			
07.02	Latte fermentato come lo yogurt, il latte battuto e le loro associazioni con frutta e derivati di frutta		X		
07.03	Crema e crema acida	X(a)	X(a)		
07.04	Formaggi				
	A. interi e con crosta				
	B. fusi	X(a)	X(a)		
	C. tutti gli altri	X(a)	X(a)	X/3 (***)	
07.05	Presame:				
	A. liquido o pastoso	X(a)	X(a)		
	B. in polvere o secco				
08.	Prodotti vari				
08.01	Aceto		X		
08.02	Alimenti fritti o arrostiti:				
	A. patate fritte, frittelle e simili			X/5	
	B. di origine animale			X/4	
08.03	Preparazioni per zuppe, minestre o brodi, zuppe, minestre o brodi preparati (estratti, concentrati); preparazioni alimentari composte omogeneizzate, piatti pronti:				
	A. in polvere o secchi				
	I. aventi sostanze grasse in superficie			X/5	
	II. altri				
	B. liquidi o pastosi:				
	I. aventi sostanze grasse in superficie	X(a)	X(a)	X/3	
	II. altri	X(a)	X(a)		
08.04	Lieviti e sostanze fermentanti:				
	A. in pasta	X(a)	X(a)		
	B. secchi				
08.05	Sale alimentare				
08.06	Salse:				
	A. non aventi sostanze grasse in superficie	X(a)	X(a)		
	B. Maionese, salse derivate dalla maionese, creme per insalata ed altre salse di condimento emulsionate (emulsioni del tipo olio in acqua)	X(a)	X(a)	X/3	
	C. Salse che contengono olio e acqua in due strati	X(a)	X(a)	X	

08.07	Mostarde (ad eccezione di quelle in polvere comprese nella voce 08.17)	X(a)	X(a)		X/3 (***)	
08.08	Tartine, sandwichs, toasts e simili che contengono ogni genere di alimenti:					
	A. aventi sostanze grasse in superficie				X/5	
	B. altri					
08.09	Gelati	X				
08.10	Alimenti secchi:					
	A. aventi sostanze grasse in superficie				X/5	
	B. altri					
08.11	Alimenti congelati e surgelati					
08.12	Estratto concentrato idrolalcolico con gradazione alcolica eguale o superiore a 5% vol		X(*)	X		
08.13	Cacao:					
	A. Cacao in polvere				X/5 (***)	
	B. Cacao in pasta				X/3 (***)	
08.14	Caffè anche torrefatto o decaffeinato o solubile, surrogati di caffè in grani o in polvere					
08.15	Estratto di caffè liquido	X				
08.16	Piante aromatiche ed altre piante: camomilla, malva, menta, tè, tiglio ed altre					
08.17	Spezie ed aromi allo stato naturale: cannella, chiodi di garofano, mostarda in polvere, pepe, vaniglia, zafferano ed altre					

(*) Questa prova è effettuata solo se il pH è inferiore o uguale a 4,5

(**) Questa prova può essere effettuata nel caso di liquidi o di bevande con gradazione alcolica superiore a 15% vol con etanolo in soluzione acquosa di concentrazione analoga

(***) Si può omettere la prova con il simulante D se si può dimostrare, con una prova appropriata, che non vi è "contatto grasso" con la materia plastica

ALLEGATO IV, SEZ. I - NORME DI BASE PER LA VERIFICA DELLA MIGRAZIONE NEI SIMULANTI DI PRODOTTI ALIMENTARI

1. Le "prove di migrazione" per la determinazione della migrazione specifica e globale sono effettuate utilizzando i "simulanti dei prodotti alimentari" previsti nel capitolo I del presente allegato e alle "condizioni convenzionali di prova della migrazione" specificate al capitolo II dello stesso allegato.

2. Le "prove sostitutive" che utilizzano i "mezzi di prova" alle "condizioni convenzionali delle prove sostitutive" di cui al capitolo III sono effettuate qualora per motivi tecnici inerenti al metodo d'analisi non sia possibile eseguire la prova di migrazione utilizzando i simulanti delle sostanze grasse (cfr. capitolo I).

3. Le "prove alternative" indicate nel capitolo IV sono consentite invece delle prove di migrazione con simulanti delle sostanze grasse in presenza dei presupposti di cui al capitolo IV.

4. Nei tre casi sovraesposti e' lecito:

a) ridurre le prove ad un numero (ai numeri) che nel caso specifico in esame e' (sono) generalmente considerato/i il/i piu' rigoroso/i in base all'esperienza scientifica;

b) omettere le prove di migrazione sostitutive o alternative qualora esista dimostrazione dell'impossibilita' di eccedere i limiti di migrazione in qualsiasi condizione prevedibile di impiego del materiale od oggetto in questione.

CAPITOLO I

Simulanti dei prodotti alimentari

1. Introduzione

Poiche' l'impiego di prodotti alimentari per esaminare i materiali con cui i medesimi vengono a contatto non e' sempre possibile si utilizzano simulanti classificati convenzionalmente come aventi natura di uno o piu' tipi di prodotti alimentari. I tipi di prodotti alimentari e i simulanti da utilizzare figurano nella tabella I. In pratica sono possibili varie mescolanze di tipi di alimenti ad esempio prodotti alimentari a base di sostanze grasse e acquosi che sono descritti nella tabella 2 con l'indicazione del simulante da utilizzare nella prova di migrazione.

Tabella 1

Tipi di prodotti alimentari e simulanti dei prodotti alimentari

Tipo di prodotto	Classificazione convenzionale	Simulante	Abbreviazione
Prodotti alimentari acquosi (prodotti alimentari acquosi con $Ph > 4,5$)	Prodotti alimentari per i quali l'allegato II del DM 26 aprile 1993, n. 220 prescrive il solo utilizzo del simulante A	Acqua distillata o acqua di qualita' equivalente	Simulante A
Prodotti alimentari acidi (prodotti alimentari acquosi con $Ph \leq 4,5$)	Prodotti alimentari per i quali l'allegato II del DM 26 aprile 1993, n. 220 prescrive il solo utilizzo del simulante B	Acido acetico	Simulante B
Prodotti alimentari contenenti alcol	Prodotti alimentari per i quali l'allegato II del DM 26 aprile 1993, n. 220 prescrive il solo utilizzo del simulante C	Etanolo al 10% (v/v). Questa concentrazione puo' essere adeguata al tenore alcolico effettivo del prodotto alimentare se supera il 10% (v/v)	Simulante C
Prodotti alimentari a base di sostanze grasse	Prodotti alimentari per i quali l'allegato II del DM 26 aprile 1993, n. 220 prescrive il solo utilizzo del simulante D	Olio di oliva rettificato o altri simulanti di prodotti a base di sostanze grasse	Simulante D
Prodotti alimentari secchi		Nessuno	Nessuna

2. Scelta dei simulanti dei prodotti alimentari

2.1 Materiali e oggetti destinati a venire a contatto con tutti i tipi di alimenti

Le prove sono effettuate impiegando i simulanti di prodotti alimentari sotto indicati, ritenuti i piu' rigorosi alle condizioni di prova specificate nel capitolo II e utilizzando per ciascun simulante un nuovo campione dei materiali ed oggetti in questione:

- acido acetico al 3% (p/v) in soluzione acquosa, - etanolo al 10% (v/v) in soluzione acquosa, - olio d'oliva rettificato ("simulante D di riferimento") Quest'ultimo simulante puo' tuttavia essere sostituito con una miscela sintetica di trigliceridi o olio di girasole o olio di mais con specifiche standard ("altri simulanti di prodotti alimentari a base di sostanze grasse", alimenti detti "simulanti D"). Qualora utilizzando uno di questi simulanti di prodotti a base di sostanze grasse si superino i limiti di migrazione per un giudizio di non conformita' e' obbligatorio, ove tecnicamente possibile, l'utilizzo di olio d'oliva per una conferma dei risultati. Qualora tale conferma non sia tecnicamente possibile, e il materiale od oggetto superi i limiti di migrazione, lo stesso viene dichiarato non conforme al decreto ministeriale 26 aprile 1993, [n.220](#).

2.2 Materiali e oggetti destinati a venire a contatto con tipi specifici di prodotti alimentari Il caso si riferisce esclusivamente alle seguenti circostanze:

- a) quando il materiale o l'oggetto e' gia' a contatto con un prodotto alimentare noto;
- b) quando il materiale o l'oggetto e' corredato, ai sensi delle disposizioni di cui all'articolo 4 del decreto legislativo 25 gennaio 1992, n. 108, di un'indicazione specifica dei tipi di prodotti alimentari descritti nella tabella I con i quali puo' o non puo' essere utilizzato, ad esempio solo per prodotti alimentari acquosi";
- c) quando il materiale o l'oggetto e' corredato, ai sensi delle disposizioni di cui all'articolo 4 del decreto legislativo 26 gennaio 1992, n. 108, di un'indicazione specifica del prodotto alimentare o gruppo/i di prodotti alimentari menzionati nella tabella di cui all'allegato II del decreto ministeriale 26 aprile 1993, n. 220 con i quali puo' o non puo' essere utilizzato. Tale indicazione e' espressa:

i) nelle fasi di commercializzazione diverse dalla vendita al dettaglio usando il "numero di riferimento" o la "descrizione dei prodotti alimentari" figuranti nella tabella di cui all'allegato II del decreto ministeriale 26 aprile 1993, n.220;

ii) nella fase di vendita al dettaglio usando un'indicazione che si riferisca soltanto a pochi prodotti o gruppi di prodotti alimentari, di preferenza con esempi di facile comprensione In queste circostanze le prove sono effettuate utilizzando nei casi di cui alla lettera b) il/i simulante/i indicato/i come esempio nella tabella 2 e nei casi di cui alle lettere a) e c) ivi simulante/i menzionato/i nella tabella di cui all'allegato II decreto ministeriale 26 aprile 1993, n. 220. Qualora il/i prodotto/i o gruppo/i di prodotti alimentari non figurano nell'elenco indicato nella tabella di cui all'allegato II del decreto ministeriale 26 aprile 1993, n. 220, si sceglie nella tabella 2 cio' che piu' corrisponde al prodotto o al gruppo di prodotti alimentari in esame.

Se il materiale o l'oggetto e' destinato a venire a contatto con piu' di un prodotto o gruppo di prodotti alimentari con fattori di riduzione differenti, al risultato della prova si applica per ogni prodotto il corrispondente fattore di riduzione. Qualora uno o piu' risultati di tale calcolo superino i limiti imposti, il materiale non e' adatto per quel particolare prodotto o gruppo di prodotti alimentari.

Le prove sono effettuate alle condizioni specificate nel capitolo II e utilizzando per ciascun simulante un nuovo campione del materiale od oggetto in questione.

Tabella 2 Simulanti per prodotti alimentari da utilizzare in casi speciali ai fini della valutazione di materiali a contatto con alimenti

Alimenti a contatto	Simulante
Esclusivamente alimenti acquosi	Simulante A
Esclusivamente alimenti acidi	Simulante B
Esclusivamente alimenti alcolici	Simulante C
Esclusivamente alimenti a base di sostanze grasse	Simulante D
Tutti gli alimenti acquosi e acidi	Simulante B
Tutti gli alimenti alcolici e acquosi	Simulante C
Tutti gli alimenti alcolici e acidi	Simulante C e B
Tutti gli alimenti a base di sostanze grasse e acquosi	Simulante D e A
Tutti gli alimenti a base di sostanze grasse e acidi	Simulante D e B
Tutti gli alimenti a base di sostanze grasse, alcolici e acquosi	Simulante D e C
Tutti gli alimenti a base di sostanze grasse, alcolici e acidi	Simulante D,C e B

CAPITOLO II Condizioni di prova (tempi e temperature)

1. Le prove di migrazione specifica e globale sono effettuate scegliendo tra i tempi e le temperature previsti nella tabella 3 quelli che corrispondono alle peggiori condizioni di contatto prevedibili per i materiali o oggetti di materia plastica in esame e a qualsiasi informazione dell'etichetta sulla temperatura d'uso massima. Pertanto se il materiale o l'oggetto di materia plastica è destinato a venire in contatto con un prodotto alimentare secondo una combinazione di due o più tempi e temperature previsti nella tabella la prova di migrazione è effettuata sottoponendo il campione in successione a tutte le peggiori condizioni prevedibili appropriate al materiale in questione utilizzando la stessa porzione di simulante.

2. Condizioni di contatto generalmente ritenute più rigorose. In applicazione dei criteri generali secondo cui la determinazione della migrazione dovrebbe limitarsi alle condizioni di prova ritenute nel caso specifico in esame le più rigorose sulla base di dimostrazioni scientifiche vengono indicati qui di seguito alcuni esempi di tali condizioni.

2.1 Materiali e oggetti in materia plastica destinati a venire a contatto con prodotti alimentari in qualsiasi condizione di tempo e temperatura. Ove non compaiono etichette o istruzioni per indicare i tempi e le temperature in situazioni d'impiego reale si utilizzano in funzione del tipo di alimento i simulanti A e/o B e/o C per 4 ore ad una temperatura di 100(gradi) C oppure per 4 ore ad una temperatura di riflusso mentre si utilizza il simulante D solo per 2 ore ad una temperatura di 175(gradi) C. Queste condizioni di tempo e temperatura sono convenzionalmente ritenute le più rigorose.

2.2 Materiali e oggetti in materia plastica destinati a venire in contatto con alimenti a temperatura ambiente o inferiore per un periodo di tempo non specificato. Qualora i materiali e gli oggetti rechino un'etichetta indicante i gli oggetti siano per natura inequivocabilmente destinati ad essere utilizzati a temperatura ambiente o inferiore le prove di migrazione si effettuano ad una temperatura di 40(gradi) C per 10 giorni. Queste condizioni di tempo e temperatura sono convenzionalmente ritenute le più rigorose.

3. Migrazione delle sostanze volatili. Le prove di determinazione della migrazione specifica nei simulanti delle sostanze volatili sono effettuate in modo da poter riconoscere la perdita di particelle volatili migranti che può verificarsi nelle peggiori condizioni prevedibili di utilizzo.

4. Casi speciali 4.1 Per i materiali e gli oggetti destinati ad essere impiegati nei forni a microonde la prova di migrazione si effettua utilizzando un forno convenzionale oppure un forno a microonde a condizione che si scelgano dalla tabella 3 i tempi e le temperature adeguati.

4.2 Qualora si constati che l'esecuzione delle prove nelle condizioni previste nella tabella 3 produce modifiche fisiche o di altro genere nel campione che non si verificano nelle peggiori condizioni prevedibili di utilizzo del materiale o dell'oggetto in esame le prove di migrazione vengono effettuate nelle peggiori condizioni prevedibili di utilizzo nelle quali non si verificano tali modifiche fisiche o di altro genere.

4.3 In deroga a quanto previsto nella tabella 3 e al paragrafo 2 se il materiale o oggetto in materia plastica può essere utilizzato nell'impiego reale per periodi di tempo inferiore a 15 minuti a temperature comprese tra 70(gradi) C e 100(gradi) C (ad es. "hot fill") - e ciò è specificato da apposite etichette o istruzioni - si effettua solamente la prova di 2 ore a 70(gradi) C. Tuttavia, se il materiale o l'oggetto è destinato anche alla conservazione a temperatura ambiente detta prova viene sostituita da una prova a 40(gradi) C per 10 giorni convenzionalmente ritenuta più rigorosa.

4.4 In circostanze per le quali le condizioni specificate alla tabella 3 non coprono in misura adeguata le condizioni convenzionali di esecuzione delle prove di migrazione (ad es. in caso di temperature superiori a 175(gradi) C o di tempi inferiori a 5 minuti), possono essere utilizzate condizioni di prova più appropriate al caso in esame purché le condizioni scelte possano riflettere le peggiori condizioni prevedibili di contatto con i materiali o gli oggetti in materia plastica in questione.

Tabella 3 Condizioni convenzionali per prove di migrazione con simulanti di prodotti alimentari

Condizioni di contatto nell'impiego prevedibilmente peggiore	Condizioni di prova
Durata di contatto	Tempo di prova
t (minore o uguale) 5 min	Cfr. condizioni al punto 4
5 min (minore) t (minore o uguale) 0,5 ore	0,5 ore
0,5 ore (minore) t (minore o uguale) 1 ora	1 ora
1 ora (minore) t (minore o uguale) 2 ore	2 ore
2 ore (minore) t (minore o uguale) 4 ore	4 ore
4 ore (minore) t (minore o uguale) 24 ore	24 ore
t (minore) 24 ore	10 giorni

Temperatura di contatto

Temperatura di prova

T (minore o uguale) 5(gradi)C	5(gradi)C	5(gradi)C
5(gradi)C (minore) T (minore o uguale) 20(gradi)C	20(gradi)C	20(gradi)C
20(gradi)C (minore) T (minore o uguale) 40(gradi)C	40(gradi)C	40(gradi)C
40(gradi)C (minore) T (minore o uguale) 70(gradi)C	70(gradi)C	70(gradi)C
70(gradi)C (minore) T (minore o uguale) 100(gradi)C	100(gradi)C o	temperatura
		di riflusso
100(gradi)C (minore) T (minore o uguale) 121(gradi)C	121(gradi)C	(*)
121(gradi)C (minore) T (minore o uguale) 130(gradi)C	130(gradi)C	(*)
130(gradi)C (minore) T (minore o uguale) 150(gradi)C	150(gradi)C	(*)
T (maggiore) 150(gradi)C	175(gradi)C	(*)

(*) Questa temperatura e' utilizzata esclusivamente con il simulante D. Per i simulanti A, B o C la prova puo' essere sostituita con una effettuata a 100(gradi)C o a temperatura di riflusso per un tempo pari a quattro volte quello scelto in base alle regole generali di cui al paragrafo 1.

CAPITOLO III Prove sostitutive di migrazione specifica e globale su simulanti delle sostanze grasse

1. Se per motivi tecnici connessi al metodo d'indagine non e' possibile effettuare la prova di migrazione utilizzando simulanti delle sostanze grasse si effettuano "prove sostitutive" utilizzando i "mezzi di prova" previsti nella tabella 4 in condizioni di prova corrispondenti alle condizioni di prova per il simulante D.

Nella tabella 4 figurano alcuni esempi delle principali condizioni convenzionali di prova della migrazione e le corrispondenti condizioni convenzionali delle prove sostitutive. Per altre condizioni di prova non contemplate dalla tabella 4 vanno presi in considerazione questi esempi e l'esperienza gia' accumulata con il tipo di polimero in esame. Per ogni prova si utilizza un nuovo campione. Per ogni mezzo di prova si applicano le regole definite nei capitoli I e 11 per il simulante D. Ove appropriato si utilizzano i fattori di riduzione stabiliti nella tabella di cui all'allegato II del decreto ministeriale 26 aprile 1993 n. 220. Per verificare la conformata' con tutti i limiti di migrazione si sceglie il valore piu' alto ottenuto con tutti i mezzi di prova.

Tuttavia, qualora si constati che l'esecuzione delle prove produce nel campione modifiche fisiche o di altro genere che non si verificano nelle peggiori condizioni prevedibili di utilizzo del materiale o dell'oggetto in esame i risultati relativi a questo mezzo di prova sono scartati e si sceglie tra i restanti valori quello piu' alto.

2. In deroga al punto 1, e possibile omettere una o due prove sostitutive previste nella tabella 4 se tali prove vengono generalmente ritenute non adeguate per il campione in questione sulla base di dimostrazioni scientifiche.

Tabella 4
Condizioni convenzionali per prove sostitutive

Condizioni di prova con simulante D	Condizioni di prova con isoottano
10 giorni - 5(gradi)C	0,5 giorni - 20(gradi)C
10 giorni - 20(gradi)C	1 giorno - 20(gradi)C
10 giorni - 40(gradi)C	2 giorni - 20(gradi)C
2 ore - 70(gradi)C	0,5 ore - 40(gradi)C
0,5 ore - 100(gradi)C	0,5 ore - 60(gradi)C (**)
1 ora - 100(gradi)C	1 ora - 60(gradi)C (**)
2 ore - 100(gradi)C	1,5 ore - 60(gradi)C (**)
0,5 ore - 121(gradi)C	1,5 ore - 60(gradi)C (**)
1 ora - 121(gradi)C	2 ore - 60(gradi)C (**)
2 ore - 121(gradi)C	2,5 ore - 60(gradi)C (**)
0,5 ore - 130(gradi)C	2,0 ore - 60(gradi)C (**)
1 ora - 130(gradi)C	2,5 ore - 60(gradi)C (**)
2 ore - 150(gradi)C	3 ore - 60(gradi)C (**)
2 ore - 175(gradi)C	4,0 ore - 60(gradi)C (**)

[(segue da tabella 4)]

Tabella 4 Condizioni convenzionali per prove sostitutive

Condizioni di prova con etanolo (95%)	Condizioni di prova con MPPO (*)
10 giorni - 5 (gradi)C	-
10 giorni - 20 (gradi)C	-
10 giorni - 40 (gradi)C	-
2,0 ore - 60 (gradi)C	-
2,5 ore - 60 (gradi)C	0,5 ore - 100 (gradi)C
3 ora - 60 (gradi)C (**)	1 ora - 100 (gradi)C
3,5 ore - 60 (gradi)C (**)	2 ore - 100 (gradi)C
3,5 ore - 60 (gradi)C (**)	0,5 ore - 121 (gradi)C
4 ora - 60 (gradi)C (**)	1 ora - 121 (gradi)C
4,5 ora - 60 (gradi)C (**)	2 ore - 121 (gradi)C
4 ore - 60 (gradi)C (**)	0,5 ore - 130 (gradi)C
4,5 ora - 60 (gradi)C (**)	1 ora - 130 (gradi)C
5 ore - 60 (gradi)C (**)	2 ore - 150 (gradi)C
6 ore - 60 (gradi)C (**)	2 ore - 175 (gradi)C

(*) MPPO = Ossido di polifenile modificato.

(**) I mezzi per le prove sulle sostanze volatili si utilizzano fino ad una temperatura di 60(gradi)C.

Un presupposto per poter effettuare prove sostitutive prevede che il materiale od oggetto resista alle condizioni di prova che altrimenti verrebbero utilizzate con il simulante D. Immergere un campione in olio d'oliva in condizioni adeguate. In presenza di cambiamenti fisici (ad es. fusione, deformazione) il materiale va considerato inadatto all'uso a codesta temperatura. In assenza di cambiamenti fisici procedere con le prove sostitutive utilizzando nuovi campioni.

CAPITOLO IV Prove alternative della migrazione globale e specifica su simulanti delle sostanze grasse

1. E' lecito utilizzare il risultato di prove alternative come specificato nel presente capitolo a condizione che vengano rispettati i seguenti presupposti: a) i risultati ottenuti in una prova "prova di confronto" danno valori pari o superiori a quelli ottenuti nella prova effettuata con il simulante D; b) la migrazione in prove alternative non supera i limiti di migrazione dopo applicazione degli opportuni fattori di riduzione indicati nella tabella di cui all'allegato 11 del decreto ministeriale 26 aprile 1993 n. 220. In assenza di uno o di entrambi i presupposti occorre effettuare le prove di migrazione.

2. In deroga al presupposto di cui al paragrafo 1 lettera a) e' possibile omettere la prova di confronto qualora esista una dimostrazione conclusiva basata su risultati scientifici sperimentali comprovanti che i valori ottenuti con la prova alternativa sono pari o superiori a quelli della prova di migrazione.

3. Prove alternative

3.1. Prove alternative su sostanze volatili In queste prove si utilizzano come mezzi sostanze volatili quali isoottano o etanolo al 95% o altri solventi volatili o miscele di solventi. Le prove sono eseguite in condizioni di contatto in modo da rispettare la condizione di cui al punto 1 lettera a).

3.2. Prove di estrazione Possono essere utilizzate altre prove che in condizioni molto rigorose prevedono l'impiego di mezzi di prova ad elevato potere di estrazione qualora in conformita' a riscontri scientifici si riconosca generalmente che i valori ottenuti con dette prove ("prove di estrazione") sono pari o superiori a quelli ottenuti nelle prove effettuate con il simulante D.

B. Metodo di effettuazione delle prove nel caso dei solventi acquosi

1. Campione di prova

Recipienti: riempirli con il solvente di prova, preconditionato alla temperatura richiesta, coprire con un vetro d'orologio e lasciare in autoclave o nel termostato, per la durata ed alla temperatura indicate sotto il punto A/2.

Films: utilizzare la cella A.S.T.M. o equivalente.

Capsule, guarnizioni, tappi e simili elementi di chiusura: da esaminare unitamente al recipiente al quale sono

destinati (v. punto B/3).

Oggetti in generale aventi una forma ed una funzione differenti dal vero recipiente: adottare un rapporto superficie/volume il più possibile vicino al reale e ad ogni modo compreso tra 2 e 0,5. La superficie esposta al solvente deve essere sufficientemente rappresentativa.

2. Determinazione della migrazione globale

La determinazione della migrazione globale è effettuata per il controllo degli oggetti finiti.

Il liquido proveniente dalla prova di migrazione, riunito, all'occorrenza, è evaporato (o distillato) fino a un volume molto piccolo, quindi travasato nella capsula tarata, nella quale si completa l'evaporazione del solvente a bagnomaria. Le ultime tracce di solvente sono eliminate in stufa, a 105°C, fino a peso costante. Raffreddare in essiccatore per 30 minuti e pesare (e). Effettuare parallelamente una prova in bianco con un volume uguale di solvente; sottrarre il peso di questo residuo per correggere e.

Calcolo: la migrazione globale è calcolata con la formula:

$$M = (m/a1) \cdot a2/q$$

Dove:

M = migrazione espressa in mg/kg;

m = massa in mg di sostanza ceduta dal campione come risulta dalle prove di migrazione;

a1 = area della superficie in dm² del campione in contatto durante la prova di migrazione;

a2 = area della superficie in dm² del materiale o dell'oggetto nelle effettive condizioni di impiego;

q = quantità in g di prodotto alimentare a contatto con il materiale o con l'oggetto nelle effettive condizioni di impiego.

Se si vuole esprimere la migrazione in mg/dm² si adotta la formula:

$$M^1 = m/a1$$

nella quale m ed a1 hanno lo stesso significato sopra indicato.

Quando la prova è effettuata su un provino in assenza dell'oggetto finito, la conversione dell'espressione da mg/dm² in mg/kg può essere ottenuta moltiplicando per 6 il valore di M¹.

Nel caso di oggetti ad uso breve e ripetuto, la determinazione della migrazione globale è effettuata dopo 3 prove di contatto, sulla soluzione proveniente dalla terza prova.

3. Casi particolari

Capsule, guarnizioni, tappi e simili elementi di chiusura in materia plastica per contenitori in vetro.

Le prove di cessione su capsule, guarnizioni, tappi e simili elementi di chiusura in materia plastica per contenitori in vetro devono essere effettuate, caso per caso unitamente ai contenitori ai quali gli stessi elementi di chiusura sono destinati.

A tale scopo prelevare un minimo di 10 contenitori uguali muniti del rispettivo elemento di chiusura (capsula, guarnizione, tappo o simile). Praticare un foro sul fondo dei contenitori, lavarli con un getto di acqua di fonte e successivamente con acqua distillata ed asciugarli. Quindi chiudere fermamente ogni contenitore con il rispettivo elemento di chiusura, porlo in posizione rovesciata e riempirlo attraverso il foro, fino a cm 1 dalla parete superiore forata, con il solvente prescelto, precedentemente portato alla temperatura indicata. La parte superiore forata viene coperta con un vetro da orologio.

Nel caso di contenitori di capacità superiore a ml 500, adottare tutte le condizioni sopraindicate con un volume di solvente in ml 500 per ogni contenitore.

In tali condizioni portare i contenitori in adatto termostato e lasciarli alla temperatura voluta, per il tempo indicato nella tabella.

Per le temperature più elevate e comunque per le prove con olio di girasole, fare uso di autoclave termostata.

Successivamente operare come indicato al punto B/2.

Il residuo di cessione non deve superare i limiti di migrazione globale specificati per i singoli oggetti o materiali.

Per il calcolo si applica la formula:

$$M = (m/q) \cdot 1000$$

Dove:

M = residuo di cessione, riferito ad una capsula o simile ed al rispettivo contenitore esaminati, espresso in mg/Kg.

m = peso del residuo in mg riferito ad una capsula o simile ed al rispettivo contenitore (peso del residuo totale diviso per il numero delle capsule o simili esaminate). Fare una prova in bianco utilizzando il contenitore senza tappo e dedurre la cessione eventualmente dovuta alla superficie in vetro esposta.

q = volume del contenitore, espresso in g di acqua.

Per incarti per alimenti solidi, appartenenti ai tipi per i quali è prevista una prova di migrazione con simulanti A e D, con pH superiore a 4,5, quali torrone, fondente e simili, dadi per brodo: in applicazione di quanto disposto dall'art. 1 del D.M. 13.9.75, nel caso di imballaggi complessi ottenuti dall'accoppiamento di un coestruso materia plastica-carta, con alluminio, le prove di cessione si effettuano sul coestruso come tale, destinato al contatto con l'alimento.

4. Tubi, nastri trasportatori ed altri oggetti a contatto dinamico

Nel caso di tubi, nastri trasportatori ed altri oggetti di uso industriale, con i quali gli alimenti vengono in contatto dinamico, qualora risulti impossibile prendere in esame l'oggetto come tale, le prove di cessione sono effettuate, secondo le modalità indicate ai precedenti punti 1 e 2, su spezzoni o provini rappresentativi dell'oggetto in esame, posti in contatto con il solvente o con i solventi prescelti, in volume tale da determinare un rapporto superficie/volume compreso tra 2 e 0,5, quando non automaticamente determinato dalla capacità propria del campione di prova. Il risultato si esprime in mg/kg.

Ai fini dell'applicazione della formula indicata al punto 2, si assume convenzionalmente, come valore di q il volume minimo (per gli alimenti liquidi) o il peso minimo (per gli alimenti solidi) di alimento che, in normali condizioni di esercizio viene in contatto con la superficie dell'oggetto reale, in un intervallo di tempo uguale a quello di prova.

Il valore di q, così determinato, è espresso in grammi.

Ove del caso, tale volume o peso minimo di portata, individuato ai fini della valutazione dell'idoneità dell'oggetto, dovrà essere dichiarato come limitazione di impiego ai sensi della dichiarazione di conformità precisata all'art. 7 del D.M. 21.3.73.

C. Determinazione della migrazione globale negli alimenti per i quali è previsto l'impiego del simulante D

1. Scopo e campo di applicazione

Il metodo è previsto per la determinazione della migrazione globale di costituenti di materia plastica, gomme e materiali similari nel liquido simulante D.

2. Principio del metodo

Il campione in esame, di peso e superficie noti, viene posto in contatto con il liquido simulante, adottando le condizioni operative (durata e temperatura) specificate nell'allegato III del presente decreto, in relazione alle condizioni di contatto nell'impiego reale. Allo scadere del tempo di contatto, il campione è asciugato e pesato. Il liquido simulante eventualmente assorbito dal campione, estratto con n-pentano, evaporato e portato a peso costante, è pesato ed il suo peso è detratto da quello del campione da cui deriva, al fine di ottenere una prima valutazione dell'idoneità del campione in esame. Infatti, se in tali condizioni non viene superato il limite di migrazione globale, non occorre procedere alla determinazione gascromatografica del liquido simulante assorbito. Se, invece, tale limite viene superato, si procede alla determinazione gascromatografica, previa preparazione degli esteri metilici degli acidi grassi dell'olio costituente il liquido simulante. Il peso del simulante così determinato viene detratto dal peso del campione già esposto al contatto con il liquido simulante. La differenza tra il peso iniziale ed il peso finale corretto esprime la migrazione globale del campione esaminato.

3. Liquido simulante

Liquido simulante D

Se si impiega l'olio di oliva rettificato il riferimento gas-cromatografico va fatto all'estere metilico dell'acido oleico; se si impiega l'olio di girasole, all'estere metilico dell'acido linoleico.

4. Reattivi

4.1. Acido solforico, d: 1,84.

4.2. 1,1,2-triclorotrifluoroetano.

4.3. Standard interno: soluzione contenente 2,0 mg/ml di metile margarato (C18H30O2), reagente Merck o equivalente (soluzione in n-eptano).

4.4. Soluzione di idrossido di potassio 0,5N in metanolo.

4.5. Complesso di trifluoruro di boro-metanolo (circa al 14% di BF₃), reagente BDH o equivalente. Il reattivo è tossico. Esso va adoperato con precauzione e sotto cappa di aspirazione.

4.6. Soluzione satura di solfato di sodio.

5. Apparecchiatura

5.1. Attrezzatura idonea per ritagliare e forare i provini.

5.2. Calibro.

5.3. Carta da filtro Whatman N. 1.

5.4. Pinze per microscopio in acciaio inossidabile.

5.5. Supporti per provini in acciaio inossidabile, del diametro di 1 mm, secondo il disegno riportato in figura 1.

5.6. Due essiccatori per condizionamento, di diametro interno di 30 cm, provvisti di adatti sostegni in vetro per sospendervi i provini montati sui supporti metallici, e contenenti rispettivamente sul fondo:

a) la soluzione al 20% (v/v) di H_2SO_4 (corrispondente all'umidità relativa dell'80% circa);

b) la soluzione al 35% (v/v) di H_2SO_4 (corrispondente all'umidità relativa del 50% circa).

5.7. Bilancia analitica con sensibilità 0,1 mg.

5.8. Armadio refrigerato che consenta di mantenere in ogni punto della zona di prova la temperatura di $5^{\circ}C \pm 2^{\circ}C$.

5.9. Armadio termostatico che consenta di mantenere in ogni punto della zona di prova la temperatura voluta $\pm 2^{\circ}C$.

5.10. Autoclave che consenta di mantenere in ogni punto della zona di prova la temperatura di $120^{\circ}C \pm 2^{\circ}C$.

5.11. Rullo di gomma del tipo da laboratorio fotografico.

5.12. Tubi in vetro a fondo piatto, diametro interno 3,5 cm, lunghezza 20 cm escluso lo smeriglio, con cono e tappi normalizzati 34/35.

5.13. Stufa elettrica termostata.

5.14. Estrattori di Soxhleth, diametro interno 4 cm, altezza sifone di scarico almeno 12 cm, provvisti di refrigerante ad acqua e di pallone di estrazione a fondo tondo da 250ml.

5.15. Palline di quarzo.

5.16. Bagnomaria a posti multipli o serie di mantelli riscaldanti.

5.17. Evaporatore rotante.

5.18. Normale vetreria da laboratorio.

5.19. Apparecchiatura per gascromatografia:

Gascromatografo a ionizzazione di fiamma.

Accessori e condizioni operative saranno scelti in rapporto al particolare apparecchio disponibile, in modo di ottenere la separazione degli acidi caratteristici del simulante e dello standard interno.

6. Procedimento

6.1. Campione di prova.

L'analisi si effettua, quando possibile, sull'oggetto finito, oppure su provini in forma di lastre piane ottenute dal prodotto finito oppure su provini (possibilmente dello spessore di 0,5 mm) ottenuti con lo stesso materiale e nelle stesse condizioni di lavorazione e di invecchiamento, purché in ogni caso il comportamento del provino alla migrazione sia rappresentativo di quello dell'oggetto nell'impiego reale.

Si procede parallelamente sia sul campione in esame, sia sul campione in bianco, costituito dallo stesso campione non posto in contatto con il liquido simulante.

Nel caso di materiale omogeneo, una lastrina 10x10 cm viene tagliata in quattro provini di 2,5x10 cm. Alle estremità di ogni provino, in corrispondenza dei bracci del supporto metallico vengono praticati due fori a bordo netto, di diametro di 3 mm.

6.2. Analogamente si ritagliano 4 provini delle stesse dimensioni che costituiscono il campione in bianco.

Nel caso in cui si operi direttamente sugli oggetti finiti o loro parti, particolari adattamenti saranno adottati che risultino idonei alle finalità del metodo. Ad esempio, nel caso di materiali complessi, in cui sia necessario limitare l'esame al solo lato destinato al contatto con l'alimento, potranno essere formati sacchetti termosaldati dalle dimensioni volute.

Nel caso che siano stati utilizzati, per motivi pratici, provini, supporti e tubi aventi dimensioni diverse, come nel caso di analisi di prodotti finiti, è opportuno mantenere il rapporto tra superficie esposta e volume di liquido simulante nel valore di 2 e comunque non inferiore a 0,5.

6.3. Misura dello spessore medio.

Nel caso di provini, si misura lo spessore mediante un calibro. Dal valore dello spessore medio si determina la superficie totale mediante l'equazione:

$$S = 198,87 + 107,53 s$$

in cui:

S = superficie totale in contatto, in cm^2 , relativa a 4 provini dalle dimensioni indicate, compresi i fori;

s = spessore medio, in cm.

6.4. Trattamento preliminare.

I provini relativi al campione in esame ed al campione in bianco, vengono puliti dell'eventuale polvere superficiale (ad esempio, con un fazzoletto di lino) e inseriti in gruppi di quattro nell'apposito sostegno metallico, in modo da risultare tesi e ben separati l'uno dall'altro. Si tenga presente che le pesate relative ai campioni saranno comprensive dei rispettivi supporti metallici.

6.5. Condizionamento preliminare del campione in bianco.

Il campione in bianco viene introdotto e sospeso nell'essiccatore condizionato all'80% circa di umidità relativa. Dopo 24 ore i 4 provini, unitamente al supporto metallico, vengono pesati (0,1 mg). Sia PB1 il peso ottenuto per il campione in bianco in tali condizioni. Porre quindi lo stesso campione in bianco nel secondo essiccatore, condizionato al 50% circa di umidità relativa, per altre 24 ore. Quindi pesare nuovamente. Sia PB2 il nuovo peso ottenuto e sia inoltre:

$$\Delta P_B = P_B^1 - P_B^2$$

6.6. Condizionamento e pesata del campione in esame.

Se $P_B > 1 \text{ mg/dm}^2$ ovvero, nel caso di oggetti finiti,

se $P_B > 6 \text{ p.p.m.}$ si esegue sul campione in esame il condizionamento al 50% di umidità relativa, per 24 ore o comunque finché P_B tra due pesate consecutive sia $< 1 \text{ mg/dm}^2$. Quindi si pesa.

Diversamente il campione non viene condizionato e lo si pesa.

In ogni caso, sia P1 il peso in g del campione in esame, unitamente al supporto metallico, prima del contatto con il simulante.

6.7. Contatto con il simulante del campione in esame.

Introdurre il supporto metallico con i quattro provini nel tubo di vetro. Si versa nel tubo un volume di simulante, precedentemente portato alla temperatura di prova, tale che il rapporto superficie volume sia pari a 2. Porre il tubo in termostato (o in armadio refrigerato, o in autoclave, secondo la temperatura di prova) alla temperatura e per la durata prescelte. Scaduto il tempo di contatto, estrarre i provini, lasciarli gocciolare, toglierli dal supporto metallico e asciugarli tra due fogli di carta da filtro Wathman N. 1, premendo moderatamente con il rullo di gomma.

I provini asciugati vengono ricollocati poi nello stesso supporto metallico, preventivamente sgrassato.

6.7.1. Parallelamente versare in un tubo di vetro 100 ml circa di simulante e porre il tubo in termostato nelle stesse condizioni di temperatura e di durata prescelte per il campione in esame. Tale simulante sarà utilizzato come simulante testimone nella costruzione della curva di riferimento prevista al punto 6.13. (Il trattamento del simulante testimone viene riportato per rigore analitico, per quanto l'esperienza abbia dimostrato che il trattamento non produce alterazioni significative rispetto al simulante tal quale).

6.7.2. In casi particolari (materiali complessi, alcune resine quali quelle melamminiche, ecc.) in cui si abbia perdita di peso per evaporazione da parte del campione in esame, prevedere l'effettuazione di una prova in bianco in parallelo, ponendo in termostato lo stesso campione in bianco nel tubo di vetro, nelle stesse condizioni del campione in esame; in sede di calcolo della migrazione del campione in esame, espressa in mg/dm^2 (v. punto 7) si terrà conto della perdita di peso suddetta, sottraendo questa al valore di migrazione ottenuto.

6.8. Condizionamento al 50% di umidità relativa dopo il contatto.

Se P_B (v. punto 6.6.) è risultato superiore ai limiti indicati, porre il campione in esame nell'essiccatore condizionato al 50% circa di umidità relativa, generalmente per 24 ore e comunque finché P_B tra due pesate consecutive sia $< 1 \text{ mg/dm}^2$. Ciò può essere omesso nel caso di P_B uguale o inferiore ai limiti indicati. In ogni caso, pesare ($\pm 0,1 \text{ mg}$) i provini unitamente al supporto metallico. Sia P2 il peso in g del campione in esame dopo il contatto con il simulante.

Nel caso che si sia condotta la prova in parallelo sul campione in bianco effettuare le stesse operazioni anche su questo (v. punto 6.7.2.).

6.9. Estrazione del simulante assorbito.

6.9.1. Campione in esame.

Inserire mediante le pinze il campione in esame con il relativo supporto metallico nell'estrattore di Soxhlet, montato su bagnomaria a posti multipli. Nel pallone di estrazione versare circa 200 ml di 1,1,2-triclorotrifluoroetano e qualche pallina di quarzo per regolare l'ebollizione. È essenziale che l'estrazione del simulante sia completa e ciò va verificato. Una prova orientativa o l'esperienza dei singoli materiali potranno dare sufficienti indicazioni sull'efficacia delle condizioni di estrazione. Normalmente l'estrazione del simulante assorbito si completa entro 5 ore. Per alcuni materiali (quali le gomme) il tempo di estrazione di 5 ore può non essere sufficiente ed è quindi necessario prostrarlo più a lungo. Nel caso di prodotti finiti si può fare ricorso alla estrazione a freddo per 24 ore, verificando sempre la completa estrazione del simulante. A tal fine in casi particolari, potrà essere scelto un solvente di estrazione diversa. Ultimata l'estrazione, l'estratto viene concentrato a piccolo volume nello stesso pallone e quindi travasato quantitativamente in una beuta da 100 ml, il cui peso sia stato preventivamente tarato a 108°C . Qui l'estratto è completamente evaporato e portato a peso costante a 105°C .

6.9.2. Campione in bianco.

Effettuare l'estrazione in Soxhlet sul campione in bianco e comunque adottando le stesse condizioni adottate per il campione in esame.

Il rispettivo estratto, concentrato a piccolo volume, trasferito in beuta da 100 ml, evaporato completamente, è sottoposto direttamente alla preparazione degli esteri come al punto 6.11.

6.10. Prima valutazione di idoneità del campione in esame: migrazione massima ponderale (M_{max} pond.).

Sia C_1 il peso in g dell'estratto ottenuto per il campione in esame al punto 6.9.1. Se: tenuto conto del reale rapporto superficie/volume dell'oggetto o materiale nell'impiego pratico (v. punto 7) (nonché della migrazione apparente dovuta a perdita di peso per evaporazione nel caso dei materiali citati al punto 6.7.2.), non è necessario procedere all'esame gascromatografico ed il campione in esame è ritenuto idoneo. (Infatti, tale estratto può peccare soltanto per eccesso, potendo essere costituito, oltre che dal simulante estratto dalle sostanze eventualmente migrate nel simulante e dalle sostanze estratte direttamente dal solvente). Se il valore dell'espressione è superiore al limite stesso, procedere alla preparazione degli esteri metilici come indicato al punto 6.11.

6.11. Preparazione degli esteri metilici degli estratti del campione in esame e del campione in bianco e del simulante testimone.

I residui provenienti rispettivamente dai punti 6.9.2. e 6.10. vengono trattati nel modo seguente:

- aggiungere al residuo nella beuta 4ml di soluzione di idrossido di potassio in metanolo 0,5N e qualche pallina di quarzo;
- far bollire la soluzione per 10 minuti a riflusso;
- aggiungere attraverso il refrigerante 5ml di BF₃, e far bollire per 2 minuti;
- aggiungere sempre attraverso il refrigerante 10ml di eptano contenente lo standard metile margarato e far bollire di nuovo per 1 minuto;
- lasciare raffreddare fino a temperatura ambiente;
- aggiungere 30ml di soluzione satura di solfato di sodio e agitare per due minuti circa;
- aggiungere ancora soluzione satura di solfato di sodio in modo che il livello si innalzi fino al collo della beuta;
- lasciare a sé fino a completa separazione delle fasi (circa 30 minuti).

Gli esteri metilici così ottenuti vengono sottoposti alla determinazione gascromatografica secondo quanto indicato al punto 6.12.

6.12. Determinazione gascromatografica.

Data la particolare finalità analitica della determinazione della migrazione globale dagli imballaggi agli alimenti, a titolo d'esempio, si indicano le condizioni seguenti, tra quelle equivalenti possibili che consentano una buona separazione degli acidi grassi:

colonna: in acciaio inossidabile, 2,5 mm x 3 m riempita con succinato di dietilenglicole 20% su gas-chrom P AW, 80-100 mesh;

rivelatore: ionizzazione di fiamma;

temperature: colonna 195°C; iniettore 270°C; rivelatore 250° C;

gas di trasporto: elio, 25 ml/min.

L'interpretazione dei gascromatogrammi viene ottenuta con uno dei sistemi convenzionali applicabili all'analisi gascromatografica degli oli vegetali.

L'esame dell'estratto proveniente dalla prova in bianco, eseguita nelle stesse condizioni (diluizione, volume iniettato) del campione in esame, permette di verificare che, in corrispondenza del picco prescelto non si producano interferenze significative. Tale picco viene assunto come termine di riferimenti nel calcolo.

6.13. Curva di riferimento.

Pesare esattamente quantità di simulante dell'ordine di 10, 30, 60, 200, mg. Preparare gli esteri metilici con le modalità indicate al punto 6.11., compresa l'aggiunta di 10 ml della soluzione standard di margarato di metile. Costruire la curva di taratura, mettendo in ordinate il rapporto delle altezze (o delle rispettive aree) dei picchi:

$$\frac{\text{altezza picco di riferimento}}{\text{altezza picco metile margarato}} \quad \text{ovvero} \quad \frac{\text{area picco di riferimento}}{\text{area picco metile margarato}}$$

in ascisse le quantità di simulante pesate.

6.14. Calcolo del simulante assorbito dal campione in esame.

Utilizzando il cromatogramma ottenuto dal campione in esame calcolare il valore del rapporto indicato al punto 6.13., da cui, mediante la curva di riferimento, si risale alla quantità di simulante assorbito PB.

7. Calcolo della migrazione globale.

Dal valore ottenuto per la quantità di simulante assorbito dal campione in esame si ricava la migrazione globale mediante l'equazione:

dove:

M = migrazione globale nel simulante in mg/dm² (se la si vuole esprimere in p.p.m. si adotta generalmente il fattore moltiplicativo 6; se il rapporto reale superficie/volume è noto si tiene conto di questo);

P₁ = peso in g del campione in esame, unitamente al supporto metallico, eventualmente dopo il condizionamento al 50% di umidità relativa, prima del contatto con il simulante (v. punto 6.6.);

P₂ = peso in g del campione in esame, unitamente al supporto metallico, eventualmente dopo il condizionamento al 50% di umidità relativa, dopo il contatto con il simulante (v. punto 6.8.);

P = peso in g del simulante assorbito dal campione in esame (v. punto 6.14.);

S = superficie totale in dm² messa in contatto con il simulante (v. punto 6.3.).

Per riportare il valore della migrazione al rapporto reale superficie/volume che si determina in pratica nell'oggetto finito, la formula indicata al punto B/2 dell'allegato IV, Sezione I, del presente decreto, diventa:

$$Q = M(a/v) * 1000$$

dove:

Q = migrazione globale, espressa in p.p.m.

a = superficie reale dell'oggetto, in dm²;

v = volume reale dell'alimento in contatto con l'oggetto considerato, espresso in g di acqua

Nota - Per materiali e oggetti che possono perdere peso per evaporazione, tale perdita viene anzitutto espressa in mg/dm² e quindi detratta dal valore della migrazione globale (v. punto 6.7.2.).

7.1 Scarto analitico

Si considera valida la prova quando almeno 3 determinazioni di M effettuate su distinti campioni, non si discostino dalla media di oltre 2 mg/dm² (o del valore corrispondente nel caso dell'espressione in p.p.m.). È ammesso uno scarto analitico sul valore medio di migrazione trovato, riferito all'intero procedimento, e tenuto conto del reale rapporto superficie/volume dell'oggetto in esame, non superiore a 3 mg/dm, applicabile anche nel caso di valori che eccedano al massimo di tale scarto il limite di migrazione globale.

D - Ulteriori disposizioni applicabili nella verifica del rispetto dei limiti di migrazione.

Disposizioni generali

1. Quando si confrontano i risultati delle prove di migrazione specificate nell'allegato III del presente decreto si assume che la massa specifica di tutti i simulanti sia convenzionalmente uguale a 1. I milligrammi di sostanza/e ceduta/e per litro di simulante (mg/l) corrispondono quindi esattamente ai milligrammi di sostanza/e ceduta/e per chilogrammo di simulante e, tenendo conto delle disposizioni di cui all'allegato II del presente decreto, ai milligrammi di sostanza/e ceduta/e per chilogrammi di prodotto alimentare.

2. Qualora le prove di migrazione siano effettuate su campioni ricavati dal materiale o dall'oggetto finito o su campioni all'uopo fabbricati e le quantità di prodotti alimentari o di simulante poste a contatto con il campione siano diverse da quelle esistenti nelle condizioni reali di impiego del materiale o dell'oggetto, occorre apportare una correzione ai risultati ottenuti mediante la formula seguente:

Dove:

M = è la migrazione in mg/Kg;

m = è la massa in mg di sostanza ceduta dal campione come risulta dalle prove di migrazione;

a1 è l'area della superficie in dm² del campione in contatto con l'alimento o simulante durante la prova di migrazione;

a2 è l'area della superficie in dm² del materiale o oggetto nelle effettive condizioni di impiego;

q è la quantità in grammi di prodotto alimentare a contatto con il materiale o con l'oggetto nelle effettive condizioni di impiego.

3. La determinazione della migrazione viene effettuata su materiali o oggetti oppure, se ciò non è possibile, su campioni ricavati dal materiale dall'oggetto o, se necessario, su campioni rappresentativi del materiale o oggetto. Il campione deve essere posto a contatto con il prodotto alimentare o il simulante in modo rappresentativo delle condizioni di contatto durante l'impiego effettivo. A tale scopo, la prova va condotta in modo che vengano a contatto con i prodotti alimentari solo quelle parti del campione destinate a venire a contatto con i prodotti alimentari nell'impiego effettivo. Tale condizione è particolarmente importante nei casi di materiali o oggetti formati da diversi strati, per coperchi, ecc.

Le prove di migrazione su coperchi, guarnizioni, tappi o dispositivi di chiusura simili devono essere effettuate applicando tali dispositivi ai contenitori cui sono destinati nelle stesse condizioni d'uso normali o previste.

È in ogni caso permesso dimostrare la conformità con i limiti di migrazione usando una prova più severa.

4. In accordo con le disposizioni dell'articolo 3 del presente decreto il campione del materiale o dell'oggetto è messo in contatto con il prodotto alimentare o con il simulante appropriato per un periodo ed ad una temperatura scelti in relazione al tipo di contatto ed alle condizioni d'impiego degli allegati II e III del presente decreto. Alla fine del tempo stabilito si effettua sul prodotto alimentare o sul simulante la determinazione analitica della quantità totale delle sostanze (migrazione globale) e/o della quantità di una o più sostanze (migrazione specifica) cedute dal campione.

5. Se un oggetto è destinato a venire più volte a contatto con i prodotti alimentari, la/e prova/e di migrazione deve essere ripetuta su uno stesso campione tre volte, nelle condizioni previste dall'allegato III del presente decreto usando un altro campione di alimento o simulante ogni volta. La verifica della migrazione dev'essere effettuata sulla base del livello riscontrato nella terza prova. Tuttavia se vi è una prova inconfutabile che il livello di migrazione non aumenta nella seconda e terza prova e se nella prima prova non viene (vengono) superato/i il/i limite/i di migrazione, non occorrono altre prove.

Disposizioni specifiche relative al limite globale di migrazione

6. Nel caso si ricorra ai simulanti acquosi di cui agli allegati II e III del presente decreto la determinazione analitica della quantità totale di sostanze cedute dal campione può essere effettuata attraverso l'evaporazione del simulante e la determinazione del peso del residuo.

Nel caso si ricorra all'olio di oliva rettificato o ad uno dei suoi succedanei, può essere utilizzata la procedura descritta qui di seguito.

Il campione del materiale o dell'oggetto viene pesato sia prima che dopo il contatto con il simulante. Si estrae quindi il simulante assorbito dal campione e lo si determina quantitativamente.

La quantità di simulante trovata viene quindi sottratta dal peso del campione determinato dopo il contatto con il simulante. La differenza tra il peso iniziale e quello finale corretto rappresenta la migrazione complessiva del campione esaminato. Nel caso di un oggetto destinato a venire a contatto ripetutamente con i prodotti alimentari e

per il quale è tecnicamente impossibile effettuare la prova descritta nel punto 5, possono essere apportate delle modifiche a questa prova a condizione che sia possibile determinare il livello di migrazione relativo alla terza prova. Una delle modifiche consentite viene descritta qui di seguito

La prova viene effettuata su tre campioni identici del materiale o dell'oggetto. Si sottopone uno di questi campioni alla prova appropriata e si determina la migrazione globale (M1) Il secondo e il terzo campione vengono sottoposti alle stesse condizioni di temperatura ma per tempi di contatto che sono rispettivamente il doppio e il triplo di quello prefissato e si determina la migrazione globale in ciascun caso (rispettivamente M2 e M3).

Il materiale o l'oggetto è ritenuto conforme se M1 o M3 - M2 non superano il limite di migrazione globale.

7. Un materiale o un oggetto la cui migrazione superi il limite globale di migrazione di una quantità non superiore al valore della tolleranza analitica qui sotto definita deve essere considerato conforme alla presente direttiva.

Le seguenti tolleranze analitiche sono state osservate:

20 mg/Kg o 3 mg/dm² nelle prove di migrazione con olio di oliva rettificato o suoi sostituti;

12 mg/Kg o 2 mg/dm² nei test di migrazione utilizzando gli altri simulanti di cui agli allegati II e III del presente decreto.

8. La verifica della conformità al limite globale di migrazione nelle prove di migrazione con l'olio di oliva rettificato e suoi sostituti non deve essere effettuata in quei casi in cui sia inconfutabilmente dimostrata l'inadeguatezza sul piano tecnico del metodo di analisi specificato.

In questi casi, per le sostanze per le quali in questo allegato non sono indicati i limiti di migrazione specifica o altre restrizioni, si applica un limite di migrazione specifica generico di 60 mg/kg o di 10 mg/dm².

La somma di tutte le migrazioni specifiche determinate non deve comunque superare il limite di migrazione globale.

ALLEGATO IV, SEZ.II - DETERMINAZIONE DELLA MIGRAZIONE SPECIFICA

La determinazione della migrazione specifica è effettuata sia ai fini della documentazione da presentare per l'autorizzazione di un nuovo costituente (v. Allegato I), sia ai fini del controllo dell'idoneità dell'oggetto finito nel caso in cui sono stati fissati i limiti di migrazione specifica. La determinazione è effettuata con metodi analitici specifici sul liquido di cessione ottenuto secondo le modalità di contatto, (solventi simulanti, condizioni di durata e di temperatura, campione di prova) indicate nella sezione 1 del presente Allegato.

Nel caso delle carte e dei cartoni per "liquido di cessione" si intende l'estratto ottenuto da 20 dm² di campione, ritagliati in frammenti di 2 cm² circa, immersi in un litro di acqua distillata per 24 ore a 20°C e successivamente filtrato.

I risultati sono calcolati con le formule indicate nella Sezione I, punto 2, assumendo per il valore di e e la quantità determinata del costituente in esame.

1 - Aldeide formica

Il metodo ha lo scopo di valutare l'aldeide formica migrabile da oggetti per la cui preparazione siano stati impiegati aldeide formica o suoi derivati.

Principio del metodo

Il liquido proveniente dalla prova di cessione è trattato con acido cromotropico, in soluzione concentrata di acido solforico. A caldo si sviluppa una colorazione violetta, la cui intensità è misurata per via spettrofotometrica a 565 nm.

Reattivo

Soluzione satura (ca. 500 mg/100 ml) di acido 1,8- diidrossinaftalen-3,6-disolfonico (acido cromotropico) in acido solforico al 72 per cento. Aspettare fino a che la soluzione diventa limpida (2 ore circa).

Descrizione del metodo

Ad 1 ml della soluzione proveniente dalla prova di cessione, si aggiungono 5 ml di reattivo; si pone in bagnomaria a 60°C per 20 minuti. Si sviluppa una colorazione violetta la cui intensità è misurata dopo 1 ora per via spettrofotometrica in cella da cm 1 a 565 nm rispetto al bianco reattivo.

Curva di taratura dell'aldeide formica

Per costruire la curva di taratura, preparare soluzioni contenenti in 1 ml quantità di formaldeide comprese tra 0 e 10 µg. Effettuare su tali soluzioni il procedimento descritto e misurare l'intensità delle singole colorazioni a 565 nm, in celle da cm 1 di spessore ottico, rispetto al bianco reattivi. Riportare i valori della densità ottica ottenuti, su un grafico, nel quale figurano in ascisse le quantità di formaldeide ed in ordinate i rispettivi valori di densità ottica.

Espressione dei risultati (da D.M. [7.8.87](#))

La quantità di formaldeide migrabile nel liquido di cessione si ricava dalla curva standard descritta e non deve essere

superiore a 0,5 mg/dm² o a 3 ppm rispetto alla capacità reale o calcolata dell'oggetto in esame, tenuto conto del reale rapporto superficie/ volume.

2 - Metodo per la determinazione del cromo migrabile da utensili da cucina in alluminio o in vetro rivestiti internamente con politetra-fluoroetilene

Principio del metodo

Le prove di cessione saranno eseguite con acido acetico al 3 per cento per 30 minuti a 100°C.

Il residuo ottenuto dalle prove di cessione viene incenerito a 400°C e quindi sottoposto ad ossidazione con permanganato di potassio al fine di trasformare il cromo nella forma esavalente; l'eccesso di ossidante viene distrutto con sodio azide. Il cromo viene quindi determinato con difenilcarbazide, che sviluppa una colorazione rosso-violetta, la cui intensità viene misurata a 540 nm.

Sensibilità della reazione: 1 gamma di cromo esavalente

Reattivi

Acido nitrico p.a.d.: 1,48, distillato;

Acido solforico 0,5 N, in acqua bidistillata;

Potassio permanganato 0,1 N, in acqua bidistillata;

Sodio azide al 5 per cento in acqua bidistillata;

Soluzione di difenilcarbazide: in pallone tarato da ml 250 sciogliere g 10 di anidride ftalica in ml 175 di alcool etilico ridistillato, scaldando per favorire la soluzione; dopo raffreddamento aggiungere la soluzione ottenuta sciogliendo g 0,625 di difenilcarbazide in ml 50 di alcool etilico ridistillato. Conservare in bottiglia scura in frigorifero. In tali condizioni la soluzione è stabile per molto tempo;

Soluzione di sodio fosfato monobasico 4 M in acqua bidistillata.

Descrizione del metodo

Il residuo ottenuto dalla prova di cessione con acido acetico al 5 per cento a 100°C per 30 minuti e contenuto in capsula a fondo piano viene incenerito su piastra riscaldante a 400°C, fino ad ottenere ceneri bianche. Dopo raffreddamento si aggiungono ml 10 di acido solforico 0,5 N, riscaldando per ottenere la completa soluzione. Aggiungere ml 0,5 di soluzione di potassio permanganato 0,1 N, coprire con vetro di orologio e riscaldare su bagnomaria bollente per 20 minuti. Per tutta la durata del riscaldamento deve persistere una leggera colorazione stabile il che si ottiene, se necessario, con l'aggiunta, di tanto in tanto, di alcune gocce di permanganato. Si elimina quindi l'eccesso di permanganato aggiungendo lentamente e goccia a goccia (1 goccia almeno ogni 10 secondi), la soluzione di sodio azide al 5 per cento ed agitando dopo ogni aggiunta, fino a scomparsa del colore (in genere sono sufficienti 3-5 gocce di sodio azide).

L'operazione va effettuata a caldo su bagnomaria stesso evitando un eccesso di sodio azide. Togliere la capsula dal bagnomaria e raffreddare.

Trasferire la soluzione in palloncino tarato da ml 25, effettuando accurati lavaggi della capsula con piccoli volumi di acqua bidistillata (ml 2-3 alla volta) e portare a volume con altra acqua bidistillata. Filtrare la soluzione su carta Whatman n.1 in beuta da ml 50. Prelevare ml 5 della soluzione filtrata e portarli in palloncino tarato da ml 25. Aggiungere ml 1 di soluzione di difenilcarbazide e attendere un minuto per lo sviluppo del colore. Aggiungere quindi ml 2,5 di soluzione di sodio fosfato monobasico 4 M. Portare a volume con acqua bidistillata e misurare entro 30 minuti allo spettrofotometro in celle da cm 1, a 540 nm, l'intensità della colorazione, rispetto ad acqua bidistillata. Ricavare dalla curva di taratura la quantità di cromo corrispondente, moltiplicandola per 5 per risalire al cromo totale presente nel residuo di cessione.

Per esprimere il cromo migrato in parti per milione (p.p.m.) rispetto alla capacità dell'utensile si adotta la stessa formula indicata nell'Allegato III Sez. I. Qualora l'intensità della colorazione ottenuta da ml 5 della soluzione filtrata fosse troppo debole o troppo forte ripetere la reazione cromatica finale su una aliquota conveniente. Di tale variazione si terrà conto nel calcolo.

Curva di taratura

Per costruire la curva di taratura porre in distinte capsule volumi di soluzione standard di potassio bicromato corrispondenti a quantità di cromo comprese tra 0 e 16 µg. Effettuare tutto il procedimento descritto, sviluppando la reazione cromatica nel primo pallone tarato da ml 25, sull'intera soluzione non essendo necessaria la filtrazione. Misurare l'intensità delle singole colorazioni a 540 nm, in celle da cm 1, rispetto al bianco reattivo.

Riportare i valori di densità ottica ottenuti su un grafico nel quale figurano in ascisse le quantità di cromo e in ordinate i rispettivi valori di densità ottica.

3 - Cromo trivalente

La determinazione del cromo (trivalente) viene effettuata sul liquido di cessione, mediante spettrofotometria di assorbimento atomico, adottando le modalità operative (concentrazione o diluizione) alla particolare sensibilità dello strumento disponibile.

4 - Piombo

La determinazione del piombo viene effettuata sul liquido di cessione, mediante spettrofotometria di assorbimento atomico, adottando le modalità operative (concentrazione o diluizione) alla particolare sensibilità dello strumento disponibile.

5 - Nichel

La determinazione del nichel viene effettuata sul liquido di cessione, mediante spettrofotometria di assorbimento atomico, adottando le modalità operative (concentrazione o diluizione) alla particolare sensibilità dello strumento disponibile.

6 - Metodo per la determinazione del cloruro di vinile monomero nei materiali e negli oggetti a base di PVC e suoi copolimeri (inserito *con D.M.2.6.1982*)

1. Oggetto e campo di applicazione

Il metodo descritto permette di determinare il cloruro di vinile monomero nei materiali e negli oggetti.

2. Principio del metodo

Il cloruro di vinile nei materiali e negli oggetti viene determinato mediante gascromatografia, secondo la tecnica detta "a spazio di testa" (head-space), previa dissoluzione o sospensione del campione in N,N-dimetilacetamide.

3. Reattivi

3.1. Cloruro di vinile (CV), di purezza superiore al 99,5% v/v.

3.2. N,N-dimetilacetamide (DMA), esente da impurezze che abbiano gli stessi tempi di ritenzione del CV o dello standard interno (3.3), nelle condizioni di prova.

3.3. Soluzione di standard interno, contenente circa 0,1 mg di etere dietilico oppure 0,1 mg di 2-cisbutene in 1000 ml di DMA.

Gli standard interni devono essere esenti da impurezze che abbiano gli stessi tempi di ritenzione del CV, nelle condizioni di prova.

4. Apparecchiatura

4.1. Bilancia analitica, sensibilità 0,1 mg.

4.2. Gascromatografo fornito di:

4.2.1. Dispositivo di campionamento automatico a spazio di testa o di dispositivo per l'iniezione manuale del campione.

4.2.2. Rivelatori a ionizzazione di fiamma o altri rivelatori indicati al punto 7.

4.2.3. Colonna gascromatografica in grado di separare il picco dell'aria, il picco del CV ed il picco dello standard interno impiegato. Tra le possibili colonne cromatografiche si cita, a titolo di esempio, la seguente: in acciaio INOX, 3 metri, 1/8", al 25% di diisodecilftalato su Chromosorb WAW 60-80 mesh.

N.B. Il segnale ottenuto con una soluzione contenente 0,02 mg/l oppure 0,02 mg/kg di CV deve essere pari almeno al quintuplo del rumore di fondo.

4.3. Contenitori per il campione (fiale o matracci) provvisti di diaframma di silicone o di gomma butilica.

N.B. Durante l'applicazione delle tecniche manuali di campionamento, il prelievo dei campioni nello spazio di testa per mezzo di una siringa può provocare la formazione di un vuoto parziale all'interno della fiala o del matraccio. Di conseguenza, per le tecniche manuali nelle quali le fiale o i matracci non sono pressurizzati prima del prelievo dei campioni, si raccomanda l'uso di contenitori di grandi dimensioni (ad es. 250 ml).

4.4. Microsiringhe.

4.5. Siringhe a tenuta di gas, per campionamento manuale a spazio di testa.

4.6. Termostato regolabile a 60°C ± 1°.

5. Modo di operare

Attenzione : Il CV è una sostanza pericolosa ed è gassosa a temperatura ambiente; la preparazione di soluzioni deve pertanto essere effettuata sotto una cappa ben ventilata.

N.B. - Se il campionamento è effettuato secondo le tecniche manuali, si può usare uno standard interno come descritto al punto 3.3.

Nel caso in cui si scelga di utilizzare lo standard interno, la soluzione standard concentrata deve essere preparata utilizzando come solvente la soluzione 3.3. In tale caso la stessa soluzione 3.3. deve essere usata per tutto il procedimento.

5.1. Preparazione della soluzione standard concentrata di CV (circa 2000 mg/Kg).

Pesare con l'approssimazione di 0,1 mg (4.1), in un adatto contenitore di vetro, una certa quantità di DMA (3.2) (ad es. 50 ml). Aggiungere alla DMA una certa quantità di CV (3.1.) in forma liquida o gassosa, impiegando uno dei due metodi seguenti:

- iniettandola lentamente sopra la DMA e impiegando in questo caso un contenitore provvisto di diaframma di silicene o di gomma butilica;
- facendola gorgogliare nella DMA, impiegando un dispositivo che eviti la perdita di DMA.

Pesare nuovamente con l'approssimazione di 0,1 mg.

Attendere due ore affinché sia raggiunto l'equilibrio e conservare la soluzione standard in frigorifero.

5.2. Preparazione della soluzione standard diluita di CV (circa 50 mg/l o mg/kg).

5.2.1. Senza standard interno

Prelevare un quantitativo pesato di soluzione standard concentrata di CV (5.1) e diluire, ad un volume noto o ad un determinato peso, con DMA in modo da ottenere una soluzione avente una concentrazione di circa 12 mg/l o mg/kg.

5.2.2 Con standard interno

Prelevare un quantitativo pesato di soluzione standard concentrata di CV (5.1) e diluire, ad un volume noto o ad un determinato peso, con soluzione di standard interno (3.3) in modo da ottenere una soluzione avente una concentrazione di circa 25 mg/l o mg/kg.

Prelevare da questa ultima soluzione opportuni volumi (0÷6 ml) trasferirli in due serie di almeno 7 matracci tarati da 25 ml e portare a volume con la soluzione di standard interno.

5.3. Preparazione della curva di taratura.

5.3.1. Senza standard interno

Preparare due serie di almeno 7 fiale (4.3) contenenti ciascuna la stessa quantità di DMA. Aggiungere ad ogni fiala opportuni volumi di soluzione standard diluita (5.2.1) (0 ÷ 20 µl/5 ml di soluzione finale) in modo tale che le concentrazioni finali di CV siano approssimativamente uguali a 0; 0,005; 0,010; 0,020; 0,030; 0,040 e 0,050 mg/l o mg/kg; sigillare le fiale e procedere come descritto al punto 5.6.

5.3.2 Con standard interno

Preparare due serie di almeno 7 fiale (4.3) contenenti ciascuna la stessa quantità di DMA. Aggiungere ad ogni fiala volumi uguali (20 µl/5 ml) di ognuna delle soluzioni di cui al punto 5.2.2 in modo tale che le concentrazioni finali di CV siano approssimativamente uguali a 0; 0,005; 0,010; 0,020; 0,030; 0,040 e 0,050 mg/l o mg/kg; sigillare le fiale e procedere come descritto al punto 5.6.

Costruire un grafico con in ordinate le aree (o altezze) dei picchi di CV o il rapporto fra queste aree (o altezze) e quelle dei picchi dello standard interno, e in ascisse le concentrazioni di CV della soluzione in doppio.

N.B. - La curva deve comprendere almeno sette coppie di punti.

La ripetibilità dei risultati, come definita al punto 8, calcolata con l'equazione:

dove:

W_{yi} = differenza fra ogni coppia di punti espressa in mg CV/l

p = numero di punti della curva;

a_1 = coefficiente angolare della curva, così come qui di seguito definito;

deve essere minore di 0,002 mg di CV/l o kg di DMA.

La curva deve essere calcolata, utilizzando i 14 risultati delle due serie di fiale, con il metodo dei minimi quadrati; la linea di regressione cioè deve essere calcolata mediante la seguente equazione:

$$y = a_i x + a_0$$

dove:

e

in cui:

y = area (o altezza) dei picchi di ogni singola determinazione;

x = la corrispondente concentrazione sulla linea di regressione;

n = numero di determinazioni effettuate (n14);

la curva deve essere lineare, cioè la deviazione standard (s) della differenza fra le risposte ottenute (y_i) ed il corrispondente valore delle risposte calcolate dalla linea di regressione (z_i), divise per il valore medio (\bar{y}) di tutte le risposte ottenute, non deve essere superiore a 0,07. La formula da adottare è:

$$s / \bar{y} \leq 0,07$$

dove

e

in cui

y_i = ogni singola risposta ottenuta;

z_i = il corrispondente valore della risposta (y_i)

n ≥ 14

5.4. *Controllo della preparazione delle soluzioni standard.*

Ripetere il procedimento di cui ai punti 5.1 e 5.2 per ottenere una seconda soluzione standard diluita con concentrazione uguale a circa 0,020 mg/l o mg/kg di CV in DMA o in soluzione di standard interno. La media di due determinazioni gascromatografiche di questa soluzione non deve differire di oltre il 5% dal corrispondente punto della curva di taratura; in questo caso la soluzione standard diluita di cui al punto 5.2 è utilizzabile per il metodo delle aggiunte. Per differenze superiori al 5% ripreparare tutte le soluzioni (5.1) e (5.2) e procedere alla costruzione di una nuova curva di taratura (5.3).

5.5. *Preparazione del campione con il metodo delle aggiunte.*

N.B. La curva deve comprendere almeno 7 coppie di punti.

La curva deve essere calcolata utilizzando i 14 risultati delle due serie di fiale, con il metodo dei minimi quadrati; la linea di regressione cioè deve essere calcolata secondo l'equazione già riportata al punto 5.3.

La omogeneizzazione e/o la suddivisione del campione dovranno essere effettuate tenendo conto della volatilità del CV (p. eb. -14°C).

Le fiale dovranno restare aperte solo il tempo indispensabile all'introduzione del campione e dei reattivi.

5.5.1. *Prodotti alimentari liquidi.*

Preparare almeno due serie di 7 fiale. Aggiungere a ciascuna fiala almeno 5 g del campione ottenuto dal prodotto da esaminare. Fare in modo da aggiungere a ciascuna fiala un quantitativo equivalente di campione. Aggiungere a ciascuna fiala volumi scalari di soluzione standard diluita di CV in DMA (5.2.1.) o volumi uguali delle soluzioni diluite di CV in soluzione di standard interno (5.2.2.), in modo da ottenere concentrazioni aggiunte di CV nelle fiale pari a 0; 0,005; 0,010; 0,020; 0,030; 0,040; 0,050 mg/kg di prodotto. Usare soluzioni standard diluite di CV (5.2) tali che il rapporto tra il volume (μl) di questa soluzione di CV e il quantitativo (g) di prodotto alimentare contenuto nella fiala sia il minore possibile e non superiore a 5. Sigillare le fiale, agitarle (evitando il contatto tra il liquido e il

diaframma) in modo da ottenere una sospensione il più omogenea possibile e procedere come descritto al punto 5.6.

5.5.2. Altri prodotti alimentari.

Preparare almeno due serie di 7 fiale. Aggiungere a ciascuna fiala almeno 5 g del campione ottenuto dal prodotto da esaminare. Fare in modo di aggiungere a ciascuna fiala un quantitativo equivalente di campione. Aggiungere a ciascuna fiala 5 ml di un solvente adeguato (preferibilmente acqua distillata) per ogni 5 g di campione e volumi scalari di soluzione standard diluita di CV in DMA (5.2.1.) o volumi uguali delle soluzioni diluite di CV in soluzione di standard interno (5.2.2.) in modo da ottenere concentrazioni di CV aggiunto nelle fiale pari a 0; 0,005; 0,010; 0,020; 0,030; 0,040 e 0,050 mg/kg di prodotto alimentare. Usare soluzioni standard diluite di CV (5.2) tali che il rapporto tra il volume (μl) di questa soluzione e il quantitativo (g) di prodotto alimentare contenuto nella fiala sia il minore possibile e non superiore a 5. Sigillare le fiale, agitarle (evitando il contatto tra il liquido e il diaframma) in modo da ottenere una sospensione il più omogenea possibile e procedere come descritto al punto 5.6.

5.6. Determinazione gascromatografica.

Tenere le fiale in termostato regolato a $60^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}$ (4.6), finché sia raggiunto l'equilibrio. Agitare di nuovo se necessario. Prelevare un campione dallo spazio di testa della fiala. In caso di impiego di tecnica manuale di campionamento curare la riproducibilità del campione ed in particolare, che la siringa (4.5) sia preriscaldata alla stessa temperatura. Tra le possibili condizioni operative si citano, a titolo di esempio, le seguenti:

- temperatura iniettore: 100°C ;
- temperatura colonna: 50°C ;
- temperatura rivelatore: 100°C .

Non appena si ha sul cromatogramma comparsa di picchi della DMA, occorrerà rimuoverne, con adeguato metodo, l'eccesso in colonna.

6. Calcolo ed espressione dei risultati

Misurare l'area (o l'altezza) dei picchi relativi al CV e, eventualmente, allo standard interno. Costruire un grafico nel quale l'ordinata mostri le aree (o le altezze) dei picchi di CV, ovvero il rapporto tra le aree (o le altezze) dei picchi di CV e le aree (o le altezze) dei picchi dello standard interno, e in cui l'ascissa mostri i quantitativi di CV aggiunti (mg) in rapporto ai quantitativi di campioni di prodotto alimentare pesato in ciascuna fiala (kg). L'intercetta con l'asse delle ascisse mostra la concentrazione ignota di CV nel campione di prodotto alimentare da esaminare.

7. Conferma della concentrazione di CV

Qualora la concentrazione di CV nel campione in esame, calcolata come descritto al punto 6, superi il limite legale, occorre confermare il risultato secondo uno dei tre modi seguenti:

- impiegando almeno un'altra colonna gascromatografica, contenente una fase stazionaria a polarità differente (ad es: in vetro, \varnothing interno 3 mm, 3 metri, al 5% di OV 17 su Chromosorb WHP 80-100 mesh);
- impiegando altri rivelatori (ad es. rivelatore di conduttività microelettronica) (Vedi *Journal of Chromatographic Science*, vol. 12, marzo 1974, pag. 152)
- impiegando la spettrometria di massa; in questo caso, la presenza di ioni molecolari con masse progenitrici (m/e) pari a 62 e 64 in una proporzione di 3:1 può essere considerata come una conferma della presenza di CV. In caso di dubbio si deve controllare lo spettro di massa totale.

8. Ripetibilità

La differenza tra i risultati di due determinazioni effettuate l'una di seguito all'altra sullo stesso campione, in uno stesso laboratorio e dallo stesso analista, non deve essere superiore a 0,003 mg/kg di prodotto alimentare.

9. Determinazione del CV mediante liquidi simulanti

Qualora per motivi tecnici la determinazione del CV risulti impossibile in taluni prodotti alimentari, essa va effettuata sul liquido proveniente dalle prove di cessione, realizzate mettendo in contatto per dieci giorni il contenitore o il provino con il liquido simulante scelto in conformità con quanto previsto negli Allegati III e IV al D.M. 21.3.73. Le prove di cessione devono essere condotte alla temperatura di 5°C per contenitori destinati ad alimenti da conservare a basse temperature ed a 40°C in tutti gli altri casi. La realizzazione del contatto va effettuata assicurando la tenuta ermetica del contenitore medesimo o del recipiente contenente il provino.

Nel caso di uso di provini, la superficie esposta al liquido simulante deve essere sufficientemente rappresentativa e il rapporto superficie/volume deve essere il più possibile vicino a quello reale e in ogni caso compreso fra 2 e 0,5. Nel caso di contatto a 40°C , al termine della prova, il contenitore o il recipiente deve essere raffreddato sotto acqua corrente a temperatura ambiente. In ogni caso esso va agitato per rotazione prima di aprirlo, per il prelevamento delle aliquote da sottoporre alle analisi secondo il punto 5.5.1.

7 - Determinazione della migrazione dell'acrilonitrile monomero da oggetti a base di poliacrilonitrile e suoi copolimeri (Inserito con D.M.18.6.79)

1. Principio del metodo

La verifica della migrazione dell'acrilonitrile viene effettuata nella soluzione proveniente dalla prova di cessione a seguito di contatto dell'oggetto finito o di un provino rappresentativo con acqua distillata nelle condizioni sotto indicate.

La soluzione è esaminata mediante gascromatografo corredato di rivelatore specifico per l'azoto, munito di accessorio a spazio di testa, in confronto con un campione in banco costituito da acqua distillata condizionata in modo identico. Se presente, l'acrilonitrile è rivelato ed eventualmente determinato mediante una curva di riferimento ottenuta da quantità note di acrilonitrile in soluzione acquosa.

Tenuto conto del rapporto superficie/volume, reale o convenzionale, dell'oggetto in esame secondo le condizioni di impiego, la migrazione deve risultare nulla assumendo come zero analitico il limite di rivelabilità del metodo.

2. Apparecchiatura

2.1. Termostato regolabile a 40°C.

2.2. Termostato regolabile a 80°C (eventualmente incorporato nello strumento gascromatografico automatizzato).

2.3. Gascromatografo con rivelatore specifico per l'azoto munito di accessorio automatizzato a spazio di testa o di altro sistema manuale equivalente.

2.4. Fiale da 20 ml, in vetro, del tipo da penicillina con relativo accessorio per la chiusura.

2.5. Bilancia analitica, sensibilità 0,1 mg.

2.6. Palloncini di vetro tarati della capacità di 25 ml, muniti di tappo a smeriglio.

2.7. Pipette automatiche da 10 ml.

3. Procedimento

Gli oggetti di forma e capacità definita vengono riempiti con acqua distillata preconditionata alla temperatura richiesta, chiusi ermeticamente e posti in termostato per la durata ed alla temperatura prescelte in rapporto alle condizioni di contatto nell'impiego reale, secondo le modalità di cui all'allegato IV, sezione I, punto A/2 del D.M. 21.3.73. Anche nel caso di oggetti nei quali soltanto un particolare elemento costituente è formato di resine a base di acrilonitrile o suoi copolimeri, la prova di cessione si effettua riempiendo con acqua distillata preconditionata l'oggetto al quale l'elemento stesso appartiene, in modo da realizzare l'effettivo rapporto superficie/volume.

Al termine della prova di contatto, si prelevano 10 ml del liquido di cessione e si trasferiscono in fiale da 20 ml (2.4) che, dopo chiusura ermetica, viene posta in bagno termostatico per 2 ore a 80°C (2.2).

Per oggetti non aventi forma e capacità definita, il campione consiste in provini aventi dimensioni di 2 x 5 cm da mettere in contatto, nelle stesse fiale da 20 ml con 10 ml di acqua distillata preconditionata. Dopo chiusura ermetica, le fiale vengono poste direttamente nel bagno termostatico per 2 ore a 80°C.

Nel caso di provini che non possono essere introdotti nelle fiale (2.4) gli stessi vengono posti in contatto con acqua distillata preconditionata in idonei contenitori in vetro, a chiusura ermetica, per 2 ore a 80°C, osservando che sia rispettato il rapporto superficie/volume sopra indicato.

Al termine del contatto raffreddare a temperatura ambiente e trasferire 10 ml della soluzione nelle fiale (2.4), che, dopo chiusura ermetica, vengono poste direttamente in bagno termostatico per 2 ore a 80°C.

In tutti i casi considerati, si effettuano parallelamente una prova in bianco, costituita da acqua distillata condizionata in fiale da 20 ml per 2 ore a 80°C, e le prove relative alla curva di riferimento, condizionate secondo le stesse modalità.

Si predispongono l'apparecchio per la determinazione automatica o comunque si adottano le condizioni operative idonee ad ottenere la sensibilità di determinazione specificata più avanti. Tra le condizioni operative possibili, nel caso di apparecchio automatizzato si citano, a titolo di esempio, le seguenti:

- gas di trasporto: azoto o elio;
- temperatura del bagno termostatico: 80°C;
- temperatura del blocco di iniezione: 150°C;
- temperatura del rivelatore: 150°C;
- temperatura della colonna: 80°C;
- corrente trasmessa al rivelatore: 660 mA;
- tempo di iniezione: 9 secondi;
- tempo di analisi: 10 minuti;
- tempo di bilanciamento: 5 minuti;
- attenuazione : 1 x 32;
- colonna: acciaio inox 3 m x 1/8". Carbovax 20M al 10% su Chromosorb W, lavato con acido, 60-80 mesh.

4. Limite di rivelabilità del metodo: 0,05 p.p.m.

5. Curva di riferimento

Si pesa alla bilancia analitica (2.5) un palloncino tarato da 25 ml, munito di tappo a smeriglio (2.6), contenente 25 ml di acqua distillata, si aggiunge una goccia di acrilonitrile, puro per analisi, si chiude il recipiente, si pesa nuovamente e si mescola per ottenere una soluzione omogenea. Si calcola, dalla pesata, la concentrazione in acrilonitrile.

Da questa soluzione, mediante diluizioni opportune, si ricavano soluzioni acquose comprese tra 0,05 e 0,20 p.p.m. di acrilonitrile. Aliquote di 10 ml di queste soluzioni sono trasferite mediante pipette (2.7) in distinte fiale da 20 ml, che, dopo essere state chiuse ermeticamente, vengono poste in bagno termostatico nelle stesse condizioni già citate (2 ore a 80°C). La curva di riferimento deve essere preparata per ogni serie di campioni da analizzare.

6. *Espressione dei risultati*

Ai fini della valutazione della rispondenza alla norma, nel caso di oggetti di forma e capacità definita, nella soluzione ottenuta dalla prova di cessione non devono essere riscontrate quantità di acrilonitrile superiori al limite di rivelabilità sopra indicato (0,05 p.p.m.). Nel caso di oggetti non aventi forma e capacità definite tale requisito si accerta tenuto conto del rapporto superficie/volume caratteristico dell'oggetto in esame nelle reali condizioni di impiego o, se tale rapporto non è noto, adottando convenzionalmente il rapporto superficie/volume pari a 0,6 (600 cm² in contatto con 1000 ml).

8 - Determinazione della migrazione del cloruro di vinilidene monomero (CVDM) da oggetti a base di polivinilidene cloruro e suoi copolimeri (Inserito con D.M.18.6.79)

1. *Principio del metodo*

La verifica della migrazione del CVDM viene effettuata nella soluzione proveniente dalla prova di cessione a seguito di contatto dell'oggetto con acqua distillata nelle condizioni sottoindicate.

La soluzione è esaminata mediante gascromatografia corredato di rivelatore a ionizzazione di fiamma, munito di accessorio a spazio di testa, in confronto con un campione identico addizionato di una quantità nota di CVDM. Tenuto conto del rapporto superficie/volume, reale o convenzionale, dell'oggetto in esame secondo le condizioni d'impiego la migrazione deve risultare nulla, assumendo come zero analitico il limite di rivelabilità del metodo.

2. *Apparecchiatura*

- 2.1. Termostato regolabile a 40°C.
- 2.2. Termostato regolabile a 45°C (eventualmente incorporato nello strumento gascromatografico automatizzato).
- 2.3. Fiale da 20 ml, in vetro, del tipo da penicillina con relativo accessorio per la chiusura.
- 2.4. Gascromatografo con rivelatore a ionizzazione di fiamma, munito di accessorio automatizzato a spazio di testa o di altro sistema manuale equivalente.
- 2.5. Bilancia analitica, sensibilità 0,1mg.
- 2.6. Palloncini di vetro tarati della capacità di 25 ml, muniti di tappo a smeriglio.
- 2.7 Pipette automatiche da 10 ml.

3. *Procedimento.*

Dal campione in esame si ricavano provini da utilizzare per la prova di cessione e per la curva di riferimento.

Nel caso di fogli, films, carte ed altri oggetti non aventi capacità definita il campione di prova consiste in un provino avente le dimensioni di 2 x 5 cm, da mettere in contatto nella fiale (2.3) con 10 ml di acqua distillata.

Nel caso di oggetti di forma e capacità definite il campione è costituito da un provino di superficie tale che, per 10 ml di acqua distillata, venga osservato un rapporto superficie/volume corrispondente a quello dell'impiego reale.

In entrambi i casi, il provino - arrotolato o ritagliato in frammenti da 1 x 2,5 cm - è introdotto nell'apposita fiale (2.3).

La fiale, chiusa ermeticamente, è posta in termostato (2.1) a 40°C per 24 ore o per 10 giorni, secondo che l'oggetto in esame sia rispettivamente destinato a contatto momentaneo o a contatto prolungato con l'alimento.

4. *Curva di riferimento*

Si pesa alla bilancia analitica (2.5) un palloncino tarato, munito di tappo a smeriglio (2.6) contenente 25 ml di acqua distillata; si aggiunge una goccia di CVDM, si chiude il recipiente, si pesa nuovamente e si mescola per ottenere una soluzione omogenea. Si calcola, dalla pesata, la concentrazione in CVDM.

Da questa soluzione, mediante diluizioni opportune, si ricavano soluzioni acquose di concentrazione compresa fra 0,05-0,20 mg/l di CVDM.

Aliquote di 10 ml di queste soluzioni, sono trasferite, mediante pipette (2.7), in distinte fiale da 20 ml, contenenti le stesse quantità di campione precisate sotto (3.) che, dopo essere state chiuse ermeticamente, vengono poste in bagno termostatico (2.2) per 30 minuti a 45°C e quindi esaminati al gascromatografo.

La curva di riferimento deve essere preparata per ciascun campione da analizzare.

5. *Determinazione gascromatografica*

Allo scadere del tempo di contatto tutte le fiale campione di prova (3.) e curva di riferimento (4), vengono poste per 30 minuti nel bagno a 45°C (2.2) e quindi esaminate al gascromatografo.

Tra le condizioni operative possibili, nel caso di apparecchio automatizzato si citano, a titolo di esempio, le seguenti:
- gas di trasporto: azoto o elio;

- temperatura del bagno termostatico: 45°C
- temperatura del blocco di iniezione: 70°C
- temperatura del rivelatore: 70°C;
- temperatura della colonna: 45°C ;
- tempo di iniezione: 8 secondi;

- tempo di analisi: 16 minuti;
- tempo di bilanciamento: 1 minuto;
- attenuazione: 1 x 8;
- colonna: Hallcomid M 18 al 3,8% + Carbowax 600 allo 0,5% su Teflon 6

6. *Limite di rivelabilità del metodo*: 0,05 p.p.m. di CVDM

7. *Espressione dei risultati*

Si riportano su grafico i risultati ottenuti (in ordinate le altezze dei picchi e in ascisse le corrispondenti concentrazioni) e se la retta non passa per l'origine, la si prolunga fino ad incontrare l'asse delle ascisse. La distanza fra il punto intersezione e l'origine rappresenta la concentrazione di CVDM presente nel campione in esame. Ai fini della valutazione della rispondenza alla norma tale requisito si accerta tenuto conto del rapporto superficie/volume caratteristico dell'oggetto in esame, nelle reali condizioni di impiego o, se tale rapporto non è noto, adottando convenzionalmente il rapporto superficie/volume pari a 0,6 (600 cm² in contatto con 1000 ml).

9 - **Determinazione della migrazione di stagno (Inserito con D.M. 25.6.81)**

1. *Oggetto e campo di applicazione*

Il metodo descritto permette di determinare la migrazione di stagno da materiali e oggetti, destinati al contatto con alimenti, contenenti composti stagno-organici o loro prodotti di decomposizione.

2. *Principio del metodo*

La prova di cessione viene eseguita ponendo in contatto l'oggetto finito o il provino rappresentativo con soluzione di acido acetico al 3 %, che in tal caso è il solvente simulante più severo

Lo stagno viene determinato, nella soluzione proveniente dalla prova di cessione, mediante spettrofotometria ad assorbimento atomico con fornello di grafite.

3. *Reattivi*

- 3.1. Soluzione di acido nitrico 1:1(v/v).
- 3.2. Acqua distillata o acqua demineralizzata di purezza equivalente.
- 3.3. Soluzione di acido acetico al 3% (v/v).
- 3.4. Stagno metallico.
- 3.5. Acido cloridrico concentrato al 37% (d = 1,186).
- 3.6. Soluzione madre di stagno. Sciogliere 1g di stagno metallico (3.4) con 100ml di acido cloridrico concentrato (3.5.) in pallone tarato della capacità di 1000 ml e portare a volume con acqua (3.2).
4. Apparecchiatura.
 - 4.1. Normale vetreria di laboratorio, decontaminata con soluzione di acido nitrico (3.1) e ripetutamente lavata con acqua distillata (3.2).
 - 4.2. Termostato.
 - 4.3. Spettrofotometro ad assorbimento atomico con forno di grafite, lampada EDL e bombola di argon.
 - 4.4. Micropipette automatiche, della capacità di 25 e 100 microlitri.

5. *Procedimento*

Gli oggetti finiti o provini rappresentativi di essi vengono posti in termostato (4.2) a contatto con la soluzione di acido acetico al 3% (3.3) preconditionata alla temperatura richiesta, per la durata e la temperatura prescelte in rapporto alle condizioni di contatto nell'impiego reale secondo le modalità di cui all'allegato IV, sezione I, punto A/2 del decreto ministeriale 21.3.73.

Al termine della prova di contatto, la soluzione, raffreddata a temperatura ambiente, viene esaminata allo spettrofotometro ad assorbimento atomico (4.3) effettuando, mediante micropipetta (4.4), iniezioni di 25 µl. Successivamente iniettare 25 µl di una soluzione standard di stagno di concentrazione 0,1 ppm ottenuta diluendo 100 microlitri della soluzione (3.6) a 1000 ml con acqua distillata (3.2) in pallone tarato.

Lo spettrofotometro viene predisposto adottando le condizioni operative idonee ad ottenere la sensibilità di determinazione (6.).

Ad esempio:

fenditura: 0,7 nm;

lunghezza d'onda: 224,6 nm;

temperatura di essiccamento: 150°C per 20 secondi;
temperatura di incenerimento: 500°C per 50 secondi;
atomizzazione: 2700°C con gas-stop;
canna pirolitica.

6. *Limite di rivelabilità del metodo:* 0,1 p.p.m. di stagno

7. *Interpretazione dei risultati*

Ai fini della valutazione della rispondenza alla norma, il campione in esame deve fornire una risposta inferiore al limite di rivelabilità del metodo (6).

ALLEGATO IV, SEZ. III - RIVELAZIONE DELLA MIGRAZIONE DI TRACCE DI COADIUVANTI TECNOLOGICI

La rivelazione della migrazione delle tracce di coadiuvanti tecnologici viene effettuata per mezzo di saggi limite, rispetto a soluzioni contenenti una concentrazione nota della sostanza scelta come riferimento, rappresentativa del gruppo di sostanze chimiche o del gruppo funzionale da rivelare.

Le prove si effettuano in genere sugli stessi liquidi di cessione ottenuti dalle prove di cessione indicate nella Sezione I del presente Allegato IV. Tuttavia, per raggiungere la necessaria sensibilità del saggio limite, in qualche caso si può scegliere e adottare un rapporto superficie/volume maggiore di quello reale. In ogni caso, però, il risultato ottenuto deve essere riferito al reale rapporto superficie dell'oggetto/volume dell'alimento in contatto, ai fini della valutazione d'idoneità.

1 - Ditiocarbammati, tiourami e xantogenati

Il metodo è applicabile per la determinazione di ditiocarbammati, tiourami e xantogenati migrabili da oggetti per la cui preparazione tali composti siano stati impiegati.

Principio del metodo - Esso si basa sulla decomposizione dei ditiocarbammati, tiourami e xantogenati presenti nel liquido di cessione, ad ammine ed a solfuro di carbonio. Questo ultimo viene raccolto su una soluzione di acetato rameico e dietanolammina. La soluzione acquista così una colorazione gialla la cui intensità determinata spettrofotometricamente a 435 nm indica la quantità di solfuro di carbonio sviluppatosi.

Come riferimento si usa una curva standard del solfuro di carbonio.

Reattivi

Idrossido di sodio 6,5% (p/v);

Reagente: mg 12,0 di acetato rameico monoidrato si portano in un pallone da 250 ml, si aggiungono 25 g di dietanolammina e si porta a volume con etanolo;

Cloruro stannoso;

Acido cloridrico 37%.

Apparecchiatura - L'apparecchio è costituito da un pallone a tre colli collegato a due trappole in serie.

Su uno dei colli laterali del pallone è inserita una canna di vetro per il passaggio dell'aria, su un altro è sistemato un imbuto da carico ed in quello centrale un refrigerante collegato tramite un tubo a U, ad una trappola contenente, su palline di vetro, 10 ml di idrossido di sodio 6,5 % (p/v) che ha lo scopo di trattenere eventuale idrogeno solforato formatosi.

Questa trappola è collegata infine ad un'altra munita di valvola di raccolta e contenente, sempre su palline di vetro, 15 ml del reattivo colorimetrico. A quest'ultima è applicato un leggero vuoto (pompa ad acqua o aspirante) che permette un flusso costante di aria.

Descrizione del metodo - 100 ml della soluzione proveniente dalla prova di cessione, vengono posti nel pallone a tre colli. Si aggiungono g 2 di cloruro stannoso, si applica il vuoto e si comincia a scaldare tramite termomanto.

Contemporaneamente si porta all'ebollizione in un becker, una soluzione di acido cloridrico diluito (25 ml di acido cloridrico 37% in 200 ml di acqua) e la si versa nel pallone attraverso l'imbuto di carico. In queste condizioni i ditiocarbammati, tiourami e xantogenati, si decompongono ed il solfuro di carbonio sviluppatosi dopo essere passato attraverso la trappola contenente idrossido di sodio 6,5 %, si raccoglie nella seconda trappola sul reagente colorimetrico. Dopo 45 minuti si interrompe vuoto e riscaldamento ed il liquido giallo si raccoglie, attraverso la valvola, in palloncino tarato da 25 ml, lavando dall'alto la trappola con 5 ml di etanolo. Si porta a volume con etanolo e si effettua la lettura allo spettrofotometro a 435 nm in celle da cm 1 di spessore ottico, rispetto al bianco reattivo (15 ml di reagente colorimetrico e 10 ml di etanolo). Come riferimento si usa una curva standard del solfuro di carbonio.

Curva di taratura del solfuro di carbonio - Per costruire la curva di taratura si preparano soluzioni contenenti in 10

ml quantità di solfuro di carbonio, comprese fra 0 e 0,5 mg. Si aggiungono 15 ml di reagente e dopo 15 minuti si effettua la lettura allo spettrofotometro a 435 nm in celle da cm 1 di spessore ottico contro il bianco reattivo. Si riportano i valori della densità ottica ottenuti, in un grafico nel quale figurano in ascisse le quantità di solfuro di carbonio ed in ordinate i rispettivi valori di densità ottica.

Espressione dei risultati - I risultati si esprimono in solfuro di carbonio, mediante la curva standard descritta. La quantità di solfuro di carbonio migrabile nel liquido di cessione non deve essere superiore a 0,2 mg/dm³ o a 1 ppm rispetto alla capacità reale o calcolata dell'oggetto in esame, tenuto conto del reale rapporto superficie/volume.

2 - Perossidi

Il metodo ha lo scopo di valutare l'ossigeno attivo migrabile da catalizzatori di tipo perossidico

Principio del metodo - Un'aliquota della soluzione proveniente dalla prova di cessione, dopo aggiunta di isopropanolo viene filtrata su lana di vetro sotto corrente di azoto. Si acidifica con acido acetico e si aggiunge ioduro di potassio. Dopo riscaldamento all'ebollizione e successivo raffreddamento, si titola con tiosolfato di sodio.

Tutte le operazioni vengono effettuate mantenendo la corrente d'azoto.

Reattivi e apparecchiatura

Acido acetico 16 N (960 g/l)

Azoto

Ioduro di potassio

Tiosolfato di sodio 0,01 N

Pallone con tre colli a smeriglio: uno per ingresso azoto, uno con refrigerante a bolle, uno con tappo per introduzione reattivi.

Descrizione del metodo - A 100 ml della soluzione risultante dalla prova di cessione, si aggiungono 20 ml di isopropanolo.

Si filtra su lana di vetro in pallone da 250 ml sotto corrente d'azoto; si aggiungono 10 ml di acido acetico 16 N e si fa gorgogliare azoto per 5 minuti. Si aggiungono poi 2 g di ioduro di potassio in polvere. Si applica un refrigerante a ricadere e si porta all'ebollizione per 15 minuti, mantenendo nel refrigerante una piccola corrente d'azoto. Si raffredda in bagno di acqua, si lava di refrigerante dall'alto con acqua distillata, e si titola, direttamente nel pallone e sempre sotto corrente di azoto, con tiosolfato 0,01 N. (1 ml di tiosolfato 0,01 N corrisponde a g 0,08 di ossigeno). In parallelo si effettua una prova in bianco con tutti i solventi e reattivi.

Espressione dei risultati - I risultati si esprimono in mg di ossigeno attivo. La quantità di ossigeno attivo presente non deve essere superiore a 0,5 mg/dm³ o a 3 ppm rispetto alla capacità reale o calcolata dell'oggetto in esame, tenuto conto del reale rapporto superficie/volume.

3 - Metodo per la determinazione del mercaptobenzotiazolo e suo sale di zinco e del disolfuro di benzotiazile (Sostituito da D.M. 24.9.96, [n. 572](#))

1) *scopo e campo di applicazione*

Il metodo consente di determinare il mercaptobenzotiazolo (MBT), il suo sale di zinco e il disolfuro di benzotiazile (previa loro trasformazione a MBT) nel liquido di cessione.

2) *principio di metodo*

La determinazione viene effettuata mediante preparazione del liquido di cessione del campione.

3) *reattivi*

Tutti i solventi devono essere di purezza analitica ed idonei per HPLC.

3.1. Cloruro di Metilene

3.2. Solfato di Sodio Anidro

3.3. Acetone

3.4. Soluzione di Cloruro Stannoso al 5% in Acido Cloridrico concentrato

3.5. Acetonitrile

3.6. Acqua

3.7. Mercaptobenzotiazolo

3.8 Fase mobile: A) Acetonitrile (3.5)

B) Acqua (3.6): Acetonitrile (3.5) 99:1

3.9. Soluzione concentrata di MBT (3.7) 200 mg/l: pesare accuratamente circa 10 mg di MBT (3.7) (precisione + 0,1 mg) e portare a volume con acetonitrile (3.5) in matraccio da 50 ml.

3.10 Soluzione intermedia di MBT (3.7) 40 mg/l: prelevare 5 ml della soluzione concentrata (3.9) e diluirli a 25 ml in matraccio tarato con acetonitrile (3.5).

3.11 Soluzioni di calibrazione: preparare con opportune diluizioni 5 soluzioni nell'intervallo di concentrazione

compreso tra 0,25 mg/l e 4 mg/l. Se nel liquido di cessione il MBT (3.7) è presente in quantità pari al limite massimo consentito di 0,05 mg/l, dopo avere portato l'estratto al volume finale di 10 ml, la soluzione ottenuta avrà una concentrazione finale di 1 mg/l, che rientra nell'intervallo prescelto per la preparazione delle soluzioni di calibrazione.

4) apparecchiatura

4.1 Materiale comune da laboratorio.

4.2 Vetreria comune da laboratorio.

4.3 Evaporatore rotante.

4.4 Cromatografo liquido con sistema gradiente dotato di rivelatore spettrofotometrico ultravioletto, regolato alla lunghezza d'onda di 320 nm.

4.5 Colonna impaccata con ottadecilsilice (lunghezza 200 mm; diametro interno 2,1 mm; dp 5 m)

5) procedimento

5.1 Preparazione del campione

Circa 10 grammi del campione di gomma in esame sono sottoposti a lavaggio per 10 minuti in un becker contenente circa 300 ml di acqua (3.6) in ebollizione. Il campione è lasciato raffreddare a temperatura ambiente ed accuratamente asciugato.

5.2 Preparazione del liquido di cessione

Il campione tagliato in una decina di parti da un grammo ciascuna, pesato accuratamente (precisione + 0,1 mg), è posto in una beuta contenente 200 ml di acqua (3.6) poi posta in termostato a 40°C per 24 ore. Scaduto il tempo di contatto, 100 ml del liquido di cessione vengono trasferiti in un pallone a fondo tondo.

5.3 Riduzione, estrazione e concentrazione

100 ml di liquido di cessione vengono portati a secco in evaporatore rotante (4.3) sottovuoto alla temperatura di 50°C.

Il residuo viene ripreso con 30 ml di acetone (3.3) e trattato con 10 ml di una soluzione di cloruro stannoso al 5% in acido cloridrico concentrato (3.4).

La soluzione viene lasciata a riposo per circa 10 minuti. Quindi si concentra in evaporatore rotante sotto vuoto a circa 10 ml; questi, trasferiti in imbuto separatore, vengono sottoposti a tre estrazioni con cloruro di metilene (3.1), usando porzioni di 15 ml ciascuna. Le tre frazioni di cloruro di metilene vengono riunite e seccate su solfato di sodio anidro (3.2), evaporate a secchezza e trasferite quantitativamente in matraccio tarato da 10 ml con acetonitrile (3.5).

La soluzione campione così ottenuta è pronta per essere analizzata.

5.4. Analisi cromatografica

5.4.1. Condizioni Operative

PROGRAMMA DI GRADIENTE

TEMPO	% A	% B
0	20	80
1	20	80
20	70	30
30	20	80
36	20	80

Flusso: 0,8 ml/min

Iniettare le soluzioni di calibrazione (3.11) e volte ciascuna. Iniettare almeno 3 volte la soluzione campione (5.3). Nell'eventualità che il quantitativo di MBT (3.7) nel campione in esame sia così elevato da non rientrare nell'intervallo di concentrazione delle soluzioni di calibrazione sarà necessario diluire opportunamente l'estratto (5.3).

5.4.2 Identificazione

L'identificazione del picco dell'MBT (3.7) è realizzata mediante confronto del tempo di ritenzione con il tempo di ritenzione delle soluzioni di riferimento (3.11).

5.4.3. Determinazione

La determinazione quantitativa è realizzata con il metodo dello standard esterno, mediante integrazione dell'area del picco a calcolo dell'altezza del picco, facendo riferimento ai corrispondenti valori delle aree o delle altezze dei picchi delle soluzioni di riferimento.

6) espressione dei risultati

6.1. Calcolo

Per calcolare la concentrazione di MBT nel liquido di cessione si applica la seguente formula:

$$C_m \text{ mg/l} = 0,05 \times C_e \text{ mg/l}$$

dove

C_m = concentrazione dell'MBT nel liquido di cessione;

C_e = concentrazione dell'MBT nell'estratto calcolato tramite la retta di calibrazione

La quantità di MBT, del suo sale e zinco e del disolfuro di benzotiazile vengono calcolate globalmente come MBT.

Ai fini dell'idoneità del campione in esame, tale quantità non deve essere superiore a 0,05 mg/l riferito alla soluzione della prova di cessione.

4 - Ammine aromatiche primarie

Il metodo è applicabile per la rivelazione di ammine aromatiche primarie migrabili da oggetti nella cui preparazione siano stati utilizzati composti contenenti la funzione amminica aromatica primaria.

Principio del metodo - La soluzione proveniente dalla prova di cessione viene sottoposta a diazotazione e successiva copulazione in presenza di carbonato sodico. Viene successivamente determinata per via spettrofotometrica l'intensità di colorazione in confronto con una scala a concentrazione nota di anilina diazotata e copulata come sopra.

Reattivi

Soluzione di acido cloridrico 0,1 N;

Soluzione di acido cloridrico concentrato;

Soluzione di nitrito di sodio 0,2 N;

Soluzione di sale R (2-naftol-3,6-disolfonato di sodio) 0,5 per cento in carbonato di sodio 0,2 N;

Bromuro di potassio;

Acido solfamminico;

Soluzione standard di anilina (4 µg/ml); preparare una soluzione contenente 0,400 g/l di anilina p.p.a. usando come solvente lo stesso usato per le prove di cessione; diluire successivamente tale soluzione, sempre con lo stesso solvente, in rapporto 1/100 (v/v).

Apparecchiatura:

Normale attrezzatura da laboratorio e spettrofotometro o fotocolorimetro

Descrizione del metodo - 100 ml della soluzione proveniente dalla prova di cessione, nel caso si tratti di una soluzione acquosa, addizionati di 1 ml di acido cloridrico concentrato, vengono evaporati a secco e ripresi con 5 ml dello stesso solvente adoperato nella prova di cessione. Su tale soluzione si effettua la determinazione qui esposta. Nel caso che il solvente usato per la prova di cessione sia olio di girasole, è necessario effettuare, prima della determinazione vera e propria, il seguente processo estrattivo: 100 ml di olio, vengono estratti, in un imbuto separatore da 300 ml, con 100 ml di acido cloridrico 1 M, per 10 minuti. Si separa la fase acquosa che viene evaporata a secco e ripresa con 5 ml di acido cloridrico 1 M per la determinazione colorimetrica. Alla soluzione ottenuta, consistente in 5 ml, si aggiungono: 0,1 ml di acido cloridrico concentrato, una punta di spatola di bromuro di potassio, 3 gocce di nitrito di sodio 0,2 N; dopo circa 10 minuti, tempo necessario per la formazione del sale di diazonio, si aggiunge una punta di spatola di acido solfamminico per eliminare l'eventuale eccesso di nitrito. Nel caso siano state effettuate prove di cessione con olio di girasole, si aggiungono all'estratto ml 2 di carbonato di sodio 2 N. Quindi si aggiungono 2 ml di soluzione di sale R e dopo 10 minuti circa, tempo necessario per la formazione del colorante azoico, 1 ml di acido cloridrico concentrato; l'acido va aggiunto con cautela poiché si ha notevole sviluppo di anidride carbonica. La soluzione viene portata a volume con acqua distillata. Si agita cautamente la soluzione per eliminare il più possibile l'anidride carbonica. La lettura si effettua allo spettrofotometro determinando l'assorbanza a 490 nm, in celle di quarzo da cm 1 di spessore ottico, facendo attenzione ad eliminare anche dalle celle l'anidride carbonica. Come riferimento per la lettura si usa un bianco, sottoposto parallelamente allo stesso procedimento usato per il campione.

Curva di taratura - Per la curva di taratura si usa la soluzione standard contenente 4 µg/ml di anilina. Nel caso dell'olio sarà necessario procedere all'estrazione con acido cloridrico 1 M come descritto per il campione. Si pongono in una serie di matracci tarati da 10 ml, i seguenti volumi della soluzione di riferimento suddetta:

ml di soluzione di riferimento

- 0 Prova in bianco;

- 1 Corrispondenti a 4 µg di anilina;

- 2 Corrispondenti a 8 µg di anilina;

- 4 Corrispondenti a 16 µg di anilina

- 5 Corrispondenti a 20 µg di anilina.

Si diluisce con lo stesso solvente fino a 5 ml (nel caso dell'olio si usa lo stesso acido cloridrico 1 M) e si procede come per i campioni. Si traccia infine la curva di taratura delle assorbanze in funzione dei µg di anilina.

Espressione dei risultati - La quantità di ammine aromatiche primarie presenti nel liquido di cessione, espressa come anilina sotto esame alla curva di taratura descritta al punto precedente. Ai fini dell'idoneità della quantità non deve essere superiore a 0,02 m/dm² ovvero a 0,1 ppm riferito alla capacità dell'oggetto e tenuto conto del reale rapporto superficie/volume.

5 - Ammine aromatiche secondarie

Il metodo è applicabile per la rivelazione di ammine aromatiche secondarie migrabili da oggetti nella cui preparazione siano stati utilizzati composti contenenti la funzione amminica secondaria aromatica.

Principio del metodo - La soluzione proveniente dalle prove di cessione viene usata come agente coagulante di un sale di diazonio previamente preparato.

Viene successivamente determinata per via spettrofotometrica l'intensità di colorazione in confronto con una scala a concentrazione nota di difenilammina coagulata con lo stesso sale di diazonio di cui sopra.

Reattivi

Acido solforico concentrato

Soluzione di cloruro di para-nitrobenzen-diazonio 0,1 N circa: cloruro di para-nitranilina 0,2 N circa in soluzione di acido cloridrico 3 N. Raffreddare 50 ml di questa soluzione in bagno di acqua e ghiaccio e aggiungere 20 ml di soluzione di nitrito di sodio 0,5 N previamente raffreddati. Distruggere l'eventuale eccesso di nitrito con circa 10 mg (una punta di spatola) di acido solfamico. Portare a 100 ml con acqua; conservare al buio in bagno di ghiaccio ed acqua.

Soluzione standard di difenilammina (10 µg/ml): preparare 100 ml di una soluzione contenente 1 g/l di difenilammina pura per analisi in metanolo; diluire successivamente tale soluzione sempre con metanolo, nel rapporto 1/100 (v/v).

Apparecchiatura

Normale attrezzatura di laboratorio: spettrofotometro o fotocolorimetro

Descrizione del metodo

100 ml della soluzione proveniente dalla prova di cessione, nel caso si tratti di una soluzione acquosa, vengono addizionati di 1 ml di acido cloridrico concentrato, evaporati a secco e ripresi con 5 ml dello stesso solvente adoperato nella prova di cessione. Su tale soluzione si effettua la determinazione qui esposta. Nel caso che il solvente usato per la prova di cessione sia olio di girasole, è necessario effettuare, prima della determinazione vera e propria, il seguente processo estrattivo: 100 ml di olio vengono estratti, in un imbuto separatore da 300 ml, con 100 ml di acido cloridrico 1 M per 10 minuti. Si separa la fase acquosa che viene evaporata a secco e ripresa con 10 ml di acido cloridrico 1 M, per la determinazione colorimetrica.

A 10 ml della soluzione posti in un matraccio tarato da 20 ml si aggiungono: 3 ml di metanolo, 1 ml di acido solforico concentrato, quindi, dopo raffreddamento a temperatura ambiente, si aggiungono 0,2 ml di soluzione di cloruro di para-nitro-benzendiazonio. Si porta a volume con acqua distillata e si conserva la soluzione al buio per circa 1 ora. La lettura si effettua allo spettrofotometro determinando l'assorbanza a 530 nm, in celle di quarzo da cm 1 di percorso ottico. Come riferimento per la lettura si usa un bianco, sottoposto parallelamente allo stesso procedimento usato per il campione.

Essendo il campione piuttosto sensibile alla luce, occorre effettuare la lettura spettrofotometrica nel minor tempo possibile.

Curva di taratura

Porre in una serie di matracci tarati da 20 ml i seguenti volumi della soluzione standard di difenilammina: ml di soluzione di riferimento:

- 0 Prova in bianco
- 0,20 Corrispondenti a 2 µg di difenilammina;
- 0,50 Corrispondenti a 5 µg di difenilammina;
- 0,80 Corrispondenti a 8 µg di difenilammina;
- 1,20 Corrispondenti a 12 µg di difenilammina;

Diluire con lo stesso volume usato per la prova di cessione fino a 15 ml circa (nel caso che il solvente usato sia olio di girasole, portare a 15 ml con acido cloridrico 1 M) e procedere come per i campioni.

Tracciare infine la curva di taratura delle assorbanze in funzione dei µg di difenilammina.

Espressione dei risultati

La quantità di ammine secondarie aromatiche presente nel liquido di cessione, espressa come anilina, viene ricavata dalla curva di taratura descritta al punto precedente. Ai fini dell'idoneità dell'oggetto in esame, tale quantità non deve essere superiore a 0,02 mg/dm² ovvero a 0,1 ppm riferito alla capacità dell'oggetto e tenuto conto del reale rapporto superficie/volume.

6 - Rivelazione della migrazione di conservativi dalle carte e dai cartoni

Il metodo è applicabile, per la rivelazione di conservativi dalle carte e dai cartoni per la cui preparazione siano stati utilizzati tali composti come coadiuvanti tecnologici.

Principio del metodo

L'estratto acquoso delle carte e/o dei cartoni viene addizionato di un idoneo terreno di coltura e inoculato con un micete campione. Misurando, ad intervalli regolari di tempo e mediante registrazione automatica dei dati, la densità ottica della soluzione in esame, si costruisce la curva di crescita del micete campione (saggio campione).

Si procede in parallelo:

- ad una prova con il medesimo terreno di coltura e organismo campione, in assenza di conservativi (saggio controllo);
- ad una prova con il medesimo terreno di coltura e organismo campione, in presenza di una concentrazione a titolo noto di sodio bisolfito (saggio limite).

Materiali e reattivi

Biofotometro registratore *Bonet-Maury e Jouan* o equivalente

Terreno di prova:

estratto di lievito Difco g 3

glucosio g 50

vitamina B 1 µg 50

acqua distillata ml 100

Sterilizzare a 100°C per 10 minuti

pH finale = 4

Micete campione: *Saccharomyces cerevisiae* I.S.I. Mc 31

Terreno di coltura del micete-campione: *Sabouraud broth Difco*.

Descrizione del metodo

Si procede anzitutto alla preparazione dell'estratto della carta o cartone in esame nel modo seguente:

20 dm² del campione vengono ritagliati in frammenti di circa 2 cm² e posti in una beuta da 1 litro, aggiungendo 1000 ml di acqua distillata. Si lascia a 20°C per 24 ore e quindi si filtra l'estratto su lana di vetro (estratto campione).

Si preparano quindi le seguenti prove in parallelo, direttamente in distinte vaschette del biofotometro:

saggio campione: ml 9 di estratto campione, addizionati di ml 1 di terreno di prova e di ml 0,2 di terreno di coltura del micete campione;

saggio controllo: ml 9 di acqua distillata, addizionati di ml 1 di terreno di prova e di ml 0,2 di terreno di coltura del micete campione;

saggio limite: ml 9 di soluzione in acqua distillata di sodio bisolfito alla concentrazione di 20 ppm, addizionati di ml 1 di terreno di prova e di ml 0,2 di terreno di coltura del micete campione.

Di regola il reostato della lampada dell'apparecchio a metà corsa la velocità di oscillazione dei magnetismi di agitazione sulla posizione 3, la temperatura a 30°C.

Dopo azzeramento, l'apparecchio viene fatto funzionare per 20 ore circa, quindi si procede alla lettura dei grafici relativi alle curve di crescita del micete nelle tre vaschette.

Interpretazione dei risultati

Ai fini dell'idoneità del campione in esame, l'estratto campione non deve mostrare una inibizione della crescita del micete superiore a quella ottenuta nel saggio limite.

7 - Determinazione della migrazione di fenoli e cresoli

1. Oggetto e campo di applicazione

Il metodo descritto permette di determinare la migrazione di fenoli e cresoli da materiali ed oggetti, destinati al contatto con alimenti.

2. Principio del metodo

La prova di cessione viene eseguita ponendo in contatto l'oggetto finito o il provino rappresentativo con acqua

distillata.

I fenoli ed i cresoli, espressi come fenolo, vengono determinati nella soluzione proveniente dalla prova di cessione per copulazione con una soluzione di cloruro di para-nitro-benzendiazonio e misura spettrofotometrica, a 490 nm, della intensità del colore sviluppatosi.

3. Reattivi

3.1. Soluzione di idrossido di sodio 0,2 M.

3.2. Soluzione di acido acetico 0,2 M.

3.3. Soluzione di cloruro di para-nitro-benzendiazonio 0,1 M. Aggiungere a 50 ml di soluzione di p-nitro-anilina 0,2 M in acido cloridrico 3 M, previamente raffreddata in bagno di acqua e ghiaccio, 20 ml di una soluzione di nitrito di sodio 0,5 M ugualmente raffreddata. Distruggere l'eventuale eccesso di nitrito con circa 100 mg di acido solfamico e portare a 100 ml con acqua.

La soluzione deve essere conservata al buio, a 0°C circa.

3.4. Soluzione standard di fenolo, contenente 5 mg/litro di fenolo p.p.a.

3.5. Acqua distillata o acqua demineralizzata di purezza equivalente.

4. Apparecchiatura

4.1. Normale vetreria di laboratorio.

4.2. Palloni tarati, della capacità di 50 ml.

4.3. Bilancia analitica, sensibilità 0,1 mg.

4.4. Spettrofotometro o fotocolorimetro, munito di vaschetta con cammino ottico di 1 cm.

5. Modo di operare

10 ml della soluzione acquosa proveniente dalla prova di cessione, trasferiti in un pallone tarato della capacità di 50 ml (4.2) posto in un bagno di acqua e ghiaccio, vengono addizionati di 5 ml di idrossido di sodio 0,2 M (3.1), e neutralizzati con 5 ml di acido acetico 0,2 M (3.2). Si aggiungono quindi 0,2 ml di soluzione di cloruro di para-nitro-benzendiazonio (3.3) e poi goccia a goccia -12 ml di idrossido di sodio 0,2 M. Si porta a volume con acqua distillata (3.5) e si mantiene la soluzione al buio per 1 ora circa.

Si misura spettrofotometricamente (4.4) a 490 nm, l'intensità del colore sviluppatosi, in confronto con un bianco ottenuto, seguendo il medesimo procedimento, da 10 ml di acqua distillata.

6. Curva di taratura

In una serie di palloni tarati della capacità di 50 ml si pongono 0, 1, 2, 3, 4 e 5 ml della soluzione standard di fenolo (3.4), corrispondenti rispettivamente a 0, 5, 10, 15, 20 e 25 µg di fenolo. Si diluisce 10 ml con acqua distillata, e si procede come indicato al modo di operare (5).

Si traccia la curva di taratura dell'assorbance in funzione dei microgrammi di fenolo.

7. Calcolo ed espressioni dei risultati

La quantità di composti fenolici presenti nella soluzione di cessione espressi come fenolo viene ricavata dalla curva di taratura.

8. Osservazioni

Ai fini della valutazione della rispondenza alla norma il campione in esame non deve cedere più di 0,2 mg/dm², ovvero 1 ppm riferita alla capacità dell'oggetto e tenuto conto del reale rapporto superficie/volume.

ALLEGATO IV - SEZ. IV - DETERMINAZIONE DEI REQUISITI DI PUREZZA DI ALCUNI COSTITUENTI

La determinazione dei requisiti di purezza viene effettuata nel caso di costituenti per i quali sono prescritti requisiti di purezza specifici.

1 - paraffine e cere microcristalline

Oggetto

Determinazione dei requisiti di purezza delle paraffine e delle cere microcristalline da impiegare in contatto con alimenti.

Applicabilità

Paraffine e cere microcristalline.

Principio

Fusione e diluizione in isoottano della paraffina o della cera microcristallina e loro estrazione con dimetilsolfossido (DMSO). Diluizione con acqua del DMSO e sua estrazione con isoottano. Concentrazione, dell'isoottano e suo

esame spettrofotometrico tra 400 e 280 m μ . Eventuale purificazione per cromatografia su colonna.

Limiti di assorbimento stabiliti

Il campione in esame è ritenuto idoneo all'impiego se non supera i seguenti limiti di assorbimento per cm 1 di percorso ottico:

- tra 280 e 289 m μ : 0,15;
- tra 290 e 299 m μ : 0,12;
- tra 300 e 359 m μ : 0,08;
- tra 360 e 400 m μ : 0,02;

Scarti analitici

Sono determinabili dagli scarti strumentali.

Reattivi e sostanze ausiliarie:

- Dimetilsolfossido (DMSO) puro per spettrofotometria;
- Isoottano (2,2,4-trimetilpentano) RS per spettrofotometria in alternativa RS per cromatografia, da purificare;
- Acetone RS per cromatografia, da distillare prima dell'impiego;
- Benzene RS per cromatografia, da distillare prima dell'impiego;
- Alcool metilico RS per spettrofotometria;
- n. Esadecano puro per gas cromatografia (esente da olefine);
- Acido fosforico 85% RP;
- Sodio boroidruro 98%;
- Magnesio ossido Sea Sorb 43 o equivalente, da purificare come segue: l'assorbente viene lavato con ml 300 di benzene, che viene quindi allontanato per filtrazione sotto aspirazione ed essiccato in stufa a 100°C. Successivamente g 100 di ossido di magnesio vengono posti in grande becher con ml 700 di acqua bidistillata in modo da ottenere una poltiglia fine; si scalda su bagnomaria per 30 minuti con intermittente agitazione, assicurandosi che l'assorbente sia completamente bagnato. Filtrare sotto aspirazione su imbuto di Buchner di appropriato diametro, con disco di carta da filtro Schleicher e Schuell n. 597 o altra equivalente. Proseguire l'aspirazione fino a secco. Trasferire l'assorbente su un vassoio, rompere i grumi con una spatola pulita e distendere l'assorbente in uno strato di cm 1-2 di spessore. Essiccare in stufa a 160°C per 24 ore. Quindi polverizzare la magnesia in un mortaio. Setacciare tra 60 e 180 mesh l'assorbente polverizzato. Si utilizza la magnesia trattenuta dal setaccio a 180 mesh;
- Celite 545, terra diatomacea, o altra equivalente;
- Setacci molecolari, Linde Molecular Sieve, cilindri 1/8;
- Allumina attivata Alcoa F/20;
- Gel di silice, Silica gel 923;
- Carbone attivato, Activated Charcoal CAL 12 x 40 mesh;
- Sodio solfato anidro granulare RP;
- Acqua bidistillata, ottenuta da acqua distillata, ridistillata prima dell'uso su acido solforico e potassio permanganato;
- Miscela eluenti:
 - benzene al 10% in isoottano;
 - benzene al 20% in isoottano;
 - miscela acetone-benzene-acqua: aggiungere ml 20 di acqua a ml 380 di acetone e ml 200 di benzene e quindi agitare;
 - Miscela ossido di magnesio-celite 545: preparare una miscela di ossido di magnesio 60-180 mesh e di celite 545 in proporzioni rispettivamente di 2:1 in peso; porre la miscela in beuta di vetro, munita di tappo a smeriglio e sbattere vigorosamente per 10 minuti per ottenere un'idonea mescolanza. Trasportare il miscuglio su un vassoio e stenderlo in uno strato di cm. 1-2 di spessore. Riscaldare il miscuglio a 160°C \pm 1°C per 2 ore e conservarlo poi in recipiente ben chiuso.

Saggi di purezza per solventi e reattivi; specificazioni:

Dimetilsolfossido: porre ml 120 di dimetilsolfossido in un imbuto separatore da ml 500 contenente ml 240 di acqua bidistillata e ml 40 di isoottano. Estrarre per vigoroso sbattimento per 2 minuti. Separare la fase acquosa in un secondo imbuto separatore da ml 500 contenente ml 40 di isoottano ed estrarre per vigoroso sbattimento per 2 minuti. Scartare la fase acquosa. Ciascuno dei due estratti di ml 40 di isoottano viene lavato separatamente con 3 successive aliquote, da ml 50 ciascuna, di acqua bidistillata. Il tempo di sbattimento per ogni lavaggio è di 1 minuto. Scartare l'ultima fase acquosa, filtrare il primo estratto su sodio solfato anidro (prelevato con isoottano) in una beuta da evaporazione da ml 250. Lavare, ruotandolo, il primo imbuto separatore con il secondo estratto e passare il solvente sullo stesso sodio solfato nella stessa beuta di evaporazione.

Lavare nell'ordine, con ml 10 di isoottano, il secondo ed il primo imbuto separatore, unendo il solvente, previo passaggio su sodio solfato, ai due estratti già filtrati.

Aggiungere ml 1 di n.esadecano ed evaporare l'isoottano con evaporazione rotante sotto leggera corrente di azoto ed

in lieve aspirazione, su bagnomaria ad 80°C, fino ad ottenere un volume residuo di ml 1 di n.esadecano. Aggiungere ml 10 di isoottano ed evaporare nelle condizioni descritte, fino ad ottenere un volume residuo di ml 1. Aggiungere ancora ml 10 di isoottano ed evaporare nuovamente il solvente. Disciogliere il volume residuo in ml 5 di isoottano e trasferirlo quantitativamente in palloncino tarato da ml 25. Lavare la beuta di evaporazione con successive 4 aliquote, ciascuna di ml 4, di isoottano, portare a volume con lo stesso solvente e determinare l'assorbimento della soluzione, rispetto ad isoottano tra 280 e 400 m μ , in celle da cm 4 o 5 di percorso ottico.

L'assorbimento, per cm 1 di spessore ottico, non deve essere superiore a 0,02.

- Isoottano: porre ml 180 di isoottano in una beuta da evaporazione da ml 250, unitamente a ml 1 di n.esadecano ed operare come prima descritto. L'assorbimento della soluzione per cm 1 di percorso ottico non deve essere superiore a 0,01.

- Acetone: porre ml 200 di acetone in una beuta da evaporazione da ml 250, unitamente a ml 1 di n.esadecano ed operare come prima descritto.

La temperatura del bagnomaria in questo caso è di 50°C.

L'assorbimento della soluzione, per cm 1 di percorso ottico, non deve essere superiore a 0,01. - Benzene: porre ml 150 di benzene in una beuta da ml 250 unitamente a ml 1 di n.esadecano ed operare come prima descritto. La temperatura del bagnomaria in questo caso è di 70°C. Inoltre le due aggiunte di ml 10 di isoottano vengono sostituite con due aggiunte di ml 10 di alcool metilico. L'assorbimento della soluzione, per cm 1 di percorso ottico non deve essere superiore a 0,01.

Se la soluzione mostrasse i picchi caratteristici del benzene, nella zona compresa tra 250 e 260 m μ , rievaporare, aggiungere ancora un'aliquota di ml 10 di alcool metilico, quindi evaporare nuovamente ed effettuare la determinazione spettrofotometrica come già descritto.

- Alcool metilico: porre ml 10 di alcool metilico in una beuta da evaporazione da ml 250, unitamente a ml 1 di n.esadecano ed operare come prima descritto. La temperatura del bagnomaria in questo caso è di 50°C.

L'assorbimento della soluzione, per cm 1 di percorso ottico, non deve essere superiore a zero.

n.Esadecano: portare ml 1 di n.esadecano al volume di ml 25 con isoottano.

L'assorbimento della soluzione, per cm 1 di percorso ottico rispetto ad isoottano, nella zona tra 280 e 400 m μ , non deve essere superiore a zero.

Acqua bidistillata: nel caso in cui il saggio di purezza prima descritto per il DMSO desse valori superiori al limite indicato, è possibile verificare se l'acqua bidistillata ha la purezza richiesta effettuando lo stesso saggio in assenza di DMSO.

Sodio solfato: per ogni nuova confezione da utilizzare, prelevare g 35 di sodio solfato anidro e lavarli in imbuto di Buchner a setto poroso con aliquote di ml 15 di isoottano purificato. Il sodio solfato corrisponde alle specificazioni quando l'ultima aliquota filtrata mostra un assorbimento nella zona tra 280 e 400 m μ , con riferimento ad isoottano e per cm 1 di spessore ottico, non superiore a zero. Del numero dei lavaggi necessari si tiene conto nell'impiego del sodio solfato anidro previsto dal metodo.

Apparecchiatura

Imbuti separatori:

- in vetro Pyrex tipo Squibb, con coni e tappi normalizzati 29/32 e rubinetti in teflon, da ml 500, 1000 e 2000;
- in vetro Pyrex tipo Squibb, con coni e tappi normalizzati 24/29 e rubinetti in teflon, da ml 250;
- in vetro Pyrex tipo Squibb, con coni e tappi normalizzati 19/26 e rubinetti in teflon, da ml 100.

Colonna cromatografica per eluizione di idrocarburi policiclici aromatici:

- lunghezza mm 180, diametro interno mm 15,7 \pm 0,1 mm munita di setto poroso rapido, di rubinetto in teflon e gambo terminale a becco di flauto; cono superiore normalizzato 29/32 con gancetti di presa;
- alimentatore relativo, di forma sferica, in vetro Pyrex, da ml 500, cono inferiore maschio e superiore femmina normalizzati 29/32, ambedue provvisti di gancetti di presa;
- raccordo per l'alimentatore suddetto, normalizzato 29/32 con gancetti di presa per l'introduzione della corrente di azoto.

Colonna cromatografica per purificazione di isoottano:

- lunghezza mm 1220, diametro interno mm 50, provvista di rubinetto in teflon e nell'estremità superiore di una presa laterale per scarico di sicurezza (fig. 1);
- dispositivo di alimentazione continua di isoottano in colonna, costituito da un pallone in vetro Pyrex, provvisto nella parte inferiore laterale di rubinetto in teflon mediante raccordo, conico 29/32, con gancetti da presa, cono superiore femmina 29/32, raccordo a squadra per dispositivo di tenuta, con accoppiamento conico 29/32 per pallone alimentatore (fig. 1).

Beute per evaporazione:

- in vetro Pyrex, munite di cono e tappo normalizzati 29/32, da ml 250 e 500.

Dosatore per sodio boroidruro:

- misurini in vetro saldati ad una bacchetta di vetro, di capacità idonea per g 0,3 di sodio boroidruro.

Palloncini tarati:

- con tappo, in vetro, da ml 25.

Apparato per digestione con sodio boroidruro:

- refrigeranti tipo Liebig, lunghezza mm 500, coni normalizzati maschio e femmina 29/32;
- tubo di essiccamento da innestare al refrigerante, con cono femmina normalizzato 29/32.

Distillatori per solventi:

- mantello riscaldante termoregolabile per palloni a fondo sferico della capacità di ml 2000; palloni a fondo sferico, con cono normalizzato 29/32, in vetro Pyrex, della capacità di ml 2000; - colonna di Vigreux, lunghezza mm 800, diametro mm 30, con cono inferiore normalizzato 29/32 e con cono superiore per inserimento del termometro;
- termometri con cono- a smeriglio da innestare sulla colonna suddetta;
- refrigerante a serpentina da innestare alla colonna suddetta.

Bidistillatore per acqua bidistillata:

- distillatore automatico secondo Stadler, con alimentazione continua, o altro equivalente Mantello riscaldante per fusione paraffine:
- mantello conico riscaldante, con copertura laterale, per imbuti separatori tipo Squibb da ml 500

Attrezzatura per attivazione assorbenti:

- setacci da 60 mesh e da 180 mesh;
- mortaio;
- vassoio in vetro per essiccamento;
- stufa per temperature fino a 200°C.

Imbuti:

- imbuti di Buchner in porcellana, diametro mm 120;
- imbuti di Buchner in vetro, con setto poroso tipo Jena G/1 o 17 D/1;
- imbuti di Buchner come sopra, muniti di cono normalizzato 24/29 e sullo stesso cono, di presa laterale per vuoto;
- imbutini conici in vetro con setto poroso per filtrazioni rapide tipo G/1 o equivalente.

Evaporatore rotante:

- tipo "Rotavapor R" Buchi o altro equivalente.

Bombola di azoto:

- contenente azoto purissimo al 99,999%, provvista di riduttore di pressione.

Spettrofotometro:

- per visibile e ultravioletto, attrezzato con celle da cm 1 e da cm 4 oppure da cm 5 di percorso ottico.

Data la sensibilità del metodo, è necessario evitare ogni possibile contaminazione. A tale scopo la vetreria deve essere sottoposta a ripetuti trattamenti con bicromato di potassio e quindi ad abbondanti lavaggi con acqua di fonte, ed infine con acqua distillata. Inoltre prima dell'uso, tutta la vetreria deve essere lavata con isoottano purificato. Non deve essere impiegato alcun tipo di grasso per lubrificare rubinetti e giunti, la tenuta viene garantita da rubinetti in teflon.

Dato che alcuni idrocarburi policiclici aromatici sono fotosensibili, l'intero procedimento deve essere effettuato in ambiente a luce attenuata.

figura

Modo d'operare

Bianco reattivi:

Parallelamente all'analisi di un campione di paraffina deve essere sempre effettuato l'intero procedimento sul bianco reattivi. L'estrazione, sia del campione in esame che del bianco reattivi, va effettuata alla stessa temperatura, normalmente di circa 10°C superiore al punto di fusione della paraffina in esame.

L'assorbimento del bianco reattivi dopo la fase estrattiva non deve essere superiore a 0,040 per cm 1 di percorso ottico nel campo delle lunghezze d'onda tra 280 e 400 m μ

L'assorbimento del bianco reattivi dopo la fase cromatografica non deve superare il valore massimo di 0,070 per cm 1 di percorso ottico nel campo delle lunghezze d'onda tra 280 e 400 m μ .

Se in uno spettro sono presenti i picchi caratteristici di benzene nella regione tra 250 e 260 m μ , evaporare nuovamente ed effettuare due successive aggiunte di alcool metilico, ciascuna di ml 10, evaporando ogni volta, e quindi riportare a volume di ml 25 con isoottano per controllare nuovamente l'assorbimento.

Preequilibrio solventi:

Per ogni analisi da effettuare porre ml 300 di DMSO in un imbuto separatore da ml 1000 ed aggiungere ml 75 di acido fosforico. Mescolare il contenuto nell'imbuto separatore e lasciare a sé per 10 minuti. La reazione è leggermente esotermica. Aggiungere ml 150 di isoottano ed agitare per equilibrare i solventi. Separare le due fasi e conservarle separatamente in bottiglie chiuse.

Prelevamento del campione per l'analisi:

Porre un campione significativo di paraffina, consistente in kg 1, o, se tale quantitativo non è disponibile, l'intero quantitativo, precedentemente pesato, in un becher di capacità pari a circa tre volte il volume del campione da fondere, su bagnomaria, con intermittente agitazione, fino a che la paraffina sia completamente fusa ed omogenea. Pesare quattro porzioni, di g $25 \pm 0,2$ ciascuna della paraffina fusa in altrettanti becher da ml 100. Effettuare il procedimento in doppio e conservare due porzioni per ripetere eventualmente l'analisi.

Estrazione della paraffina con DMSO:

Travasare una porzione pesata e completamente fusa in un imbuto separatore da ml 500, (imbuto separatore n. 1) contenente ml 100 di DMSO preequilibrato e preventivamente riscaldato nel mantello termoregolabile ad una temperatura almeno 10°C superiore al punto di fusione del campione in analisi.

Effettuare idonei lavaggi del becher con aliquote successive di isoottano preequilibrato, previamente riscaldato, fino ad un volume totale di ml 50 e trasferire i lavaggi stessi nell'imbuto separatore contenente la paraffina.

Estrarre vigorosamente per sbattimento per 2 minuti, usando le precauzioni del caso.

Predisporre tre imbuti separatori da ml 250 in serie, contenenti ciascuno ml 30 di isoottano preequilibrato (imbuti separatori numeri 2, 3, 4). Quando nell'imbuto separatore n.1 si è avuta una separazione netta delle due fasi e la paraffina si è almeno in parte solidificata, trasferire la fase inferiore, attraverso un imbuto di Buchner, nel primo dei tre imbuti separatori da ml 250 disposti in serie (imbuto separatore n. 2). Favorire la filtrazione per leggera aspirazione.

Quando il filtrato è stato completamente trasferito nell'imbuto separatore n. 2, estrarlo vigorosamente per 1 minuto con l'isoottano presente, e, dopo separazione, trasferire la fase inferiore direttamente nell'imbuto separatore n. 3. Dopo analoga estrazione e separazione, trasferire la fase inferiore nell'imbuto separatore n. 4, estrarre vigorosamente per 1 minuto e separare le due fasi, trasferendo la fase inferiore in un imbuto separatore da ml 2000 (imbuto separatore n. 5) contenente ml 480 di acqua bidistillata e ml 80 di isoottano.

Sottoporre ancora due volte ad estrazione la paraffina, in modo analogo a quello descritto, ogni volta con ml 100 di DMSO preequilibrato, attraverso tutti i passaggi indicati, fino a riunire i tre estratti di DMSO-acido fosforico (3 x 10) nell'imbuto separatore da ml 2000 (imbuto separatore n. 5).

Diluizione ed estrazione del DMSO con isoottano:

Gli estratti di DMSO-acido fosforico si sono pertanto diluiti nei ml 480 di acqua bidistillata presenti nell'imbuto separatore numero 5.

Estrarre per vigoroso sbattimento per 2 minuti e separare la fase acquosa inferiore in un imbuto separatore da ml 2000, (imbuto separatore n. 6), contenente anch'esso ml 80 di isoottano.

Ripetere l'estrazione e, dopo separazione delle fasi, scartare la fase acquosa.

Ciascuno dei due estratti isoottanici da ml 80, rimasti nei due imbuti separatori da ml 2000 (imbuti separatori n. 5 e n. 6), viene lavato con tre aliquote successive, di ml 100 ciascuna, di acqua bidistillata, che di volta in volta, dopo separazione, vengono scartate. Il tempo di sbattimento per questi lavaggi è di 1 minuto ogni volta. (Durante questi lavaggi curare particolarmente la separazione delle fasi, essendo possibile la formazione di leggere emulsioni sul menisco di separazione. Un tempo di decantazione più prolungato è sufficiente ad ovviare tale inconveniente).

Filtrare il primo estratto attraverso un imbuto di Buchner con setto poroso contenente g 35 di sodio solfato anidro prelevato con isoottano, raccogliendo in beuta da evaporazione da ml 250.

Lavare l'imbuto separatore n. 5 con il secondo estratto isoottanico che viene poi passato sullo stesso filtro.

Lavare nell'ordine gli imbuti separatori numeri 6 e 5 con una unica aliquota di isoottano di ml 20, passandola poi attraverso lo stesso filtro.

Concentrazione dell'estratto isoottanico per evaporazione:

Quando i due estratti isoottanici ed il rispettivo liquido di lavaggio sono riuniti nella beuta da evaporazione, aggiungere ml 1 di n. esadecano ed evaporare in evaporatore rotante su bagnomaria a 80°C , sotto lieve corrente di azoto ed in leggerissima aspirazione. Interrompere l'evaporazione quando resta un volume residuo non superiore a ml 1. Aggiungervi 2 aliquote successive di isoottano, di ml 10 ciascuna. Rievaporare ogni volta e riprendere il volume residuo finale di ml 1 con ml 5 di isoottano. Trasferire quantitativamente in un palloncino tarato da ml 25, lavando la beuta da evaporazione 4 volte, ogni volta con ml 4 di isoottano e portare a volume con lo stesso solvente.

Determinazione spettrofotometrica U.V.:

Determinare la curva di assorbimento, tra 280 e 400 μ :

- della soluzione relativa al bianco reattivi rispetto ad isoottano;
- della soluzione relativa al campione di paraffina in esame rispetto al bianco reattivi.

Limiti di assorbimento per l'idoneità della paraffina:

Come precedentemente indicato, il limite massimo per il bianco reattivi non deve superare, a 280 μ , il valore di 0,040 per cm. 1 di spessore ottico; il campione di paraffina in esame può essere ritenuto idoneo all'impiego se l'assorbimento per cm 1 di percorso ottico non supera i seguenti limiti:

tra 280 e 289 m μ 0,15

tra 290 e 299 m μ 0,12

tra 300 e 359 m μ 0,08

tra 360 e 400 m μ 0,02

Se i valori di assorbimento superano detti limiti procedere come segue:

Riduzione con sodio boroidruro:

Trasferire quantitativamente la soluzione isoottanica in una beuta ad evaporazione da ml 250 ed evaporare con evaporatore rotante, con la tecnica già descritta, fino ad ottenere ml 1 di n.esadecano.

Aggiungere ml 10 di alcool metilico e circa g 0,3 di sodio boroidruro con l'apposito dosatore, avendo cura di limitare al massimo l'esposizione all'aria di detto sale. L'uso del dosatore tarato elimina detto inconveniente e consente di introdurre il reattivo direttamente nella beuta senza farlo aderire allo smeriglio, il che potrebbe successivamente impedire il distacco della beuta dal refrigerante.

Innestare rapidamente il refrigerante a ricadere di Liebig a circolazione d'acqua e provvisto alla sommità di un tubo di essiccamento. Lasciare a sé per 30 minuti a temperatura ambiente e con intermittente agitazione.

Al termine di detto periodo disinserire il refrigerante ed evaporare cautamente l'alcool metilico, con evaporatore rotante, in leggera corrente di azoto e sotto lieve aspirazione, senza immergere la beuta nel bagnomaria, fino ad un volume residuo di circa ml 3-4.

Aggiungere nella beuta ml 10 di isoottano ed evaporare fino a ml 3-4 di volume residuo; aggiungere nuovamente ml 10 di isoottano ed interrompere l'evaporazione quando residua un volume finale di circa ml 5.

Eliminazione del sodio boroidruro:

Trasferire quantitativamente l'estratto concentrato in un imbuto separatore da ml 100, lavando la beuta con ml 5 di isoottano. Disciogliere il sodio boroidruro rimasto nella beuta con ml 5 di acqua bidistillata, favorendo la completa dissoluzione mediante lieve riscaldamento su bagnomaria. Trasferire la soluzione nello stesso imbuto separatore. Lavare la beuta con altre 3 aliquote, di ml 5 ciascuna, di acqua bidistillata ed infine con ml 5 di isoottano, trasferendo ogni lavaggio nello stesso imbuto separatore.

Estrarre per agitazione di 1 minuto e separare la fase acquosa trasferendola in un secondo imbuto separatore da ml 100. Aggiungere ml 5 di isoottano, estrarre per 1 minuto e scartare la fase acquosa.

Filtrare il primo estratto isoottanico di ml 15 attraverso un imbuto conico con setto poroso contenente g 6 di sodio solfato (previamente lavato con isoottano), raccogliendo in beuta da ml 50.

Lavare il primo imbuto separatore con il secondo estratto isoottanico di ml 5, che viene riunito nella beuta da ml 50 per filtrazione sullo stesso sodio solfato anidro. Effettuare un ultimo lavaggio nell'ordine, del secondo e del primo imbuto separatore con un'unica aliquota da ml 5 di isoottano, che viene riunita ai due precedenti estratti nella beuta, sempre dopo passaggio attraverso lo stesso filtro di sodio solfato.

Purificazione per cromatografia in colonna:

Preparare la colonna cromatografica come segue: pesare g 14 di miscela ossido di magnesio-celidite 545 in rapporto 2:1 ed introdurre l'assorbente nella colonna cromatografica curando l'impaccamento e la continuità della stessa con l'aiuto di una bacchetta di vetro appiattita ad una estremità, di diametro di poco inferiore a quello della colonna stessa. In tal modo l'altezza dell'impaccamento deve risultare di cm 10-11. Inserire un alimentatore da ml 500 sulla sommità della colonna cromatografica e percolare ml 100 di isoottano. Aggiustare la pressione dell'azoto con l'apposito raccordo in modo che la velocità del flusso dell'isoottano uscente dalla colonna sia di 2-3 ml al minuto. Interrompere la pressione appena prima che l'ultima parte dell'isoottano raggiunga il livello dell'assorbente (evitare che il livello del liquido vada sotto il livello dell'assorbente).

Trasferire in colonna l'estratto isoottanico contenuto nella beuta da ml 50, lavando quindi la stessa con ml 10 di isoottano. Lasciare assorbire in colonna la soluzione e, prima che raggiunga il livello dell'assorbente, aggiungere nell'alimentatore ml 80 di isoottano.

Percolare alla velocità suddetta e, appena prima che l'isoottano raggiunga il livello dell'assorbente aggiungere ml 100 di miscela di benzene al 10% in isoottano e proseguire la percolazione alla stessa velocità.

Appena prima che questa raggiunga il livello dell'assorbente aggiungere ml 25 di miscela di benzene al 20% in isoottano e proseguire alla stessa velocità, fino a che tutta la miscela dei solventi aggiunta sia stata allontanata.

Scartare le frazioni fin qui raccolte.

Aggiungere nell'alimentatore la miscela acetone-benzene acqua, in volume di ml 300 e percolare alla velocità di ml 2-3 al minuto.

Raccogliere l'eluato in una beuta da ml 500, fino ad esaurimento della miscela stessa dalla colonna.

Evaporazione dell'eluato:

Aggiungere ml 1 di n.esadecano ed evaporare con evaporatore rotante, su bagnomaria a 60°C, fino ad un volume residuo di ml 1 circa. Aggiungere successivamente due aliquote, ciascuna di ml 10, di alcool metilico, per favorire l'allontanamento del benzene ed evaporare ogni volta fino a ml 1 circa.

Al volume residuo finale aggiungere ml 5 di isoottano e trasferire quantitativamente in palloncino tarato da ml 25, lavando la beuta di evaporazione con successive 4 aliquote, ciascuna di ml 4 di isoottano e portare infine a volume con lo stesso solvente.

Determinazione spettrofotometrica U.V.:

Determinare la curva di assorbimento, tra 250 e 400 m μ :

- a) della soluzione relativa al bianco reattivi rispetto ad isoottano;
- b) della soluzione relativa al campione di paraffina in esame rispetto al bianco reattivi.

Il limite massimo di assorbimento per il bianco reattivi non deve superare, a 280 m μ il valore di 0,070 per cm 1 di percorso ottico.

Per il campione di paraffina in esame valgono i valori indicati "Limiti di assorbimento per l'idoneità della paraffina».

Oli di vasellina

Principio - Diluizione del campione di olio con ugual volume di n.esano, estrazione con dimetilsolfossido (D.M.S.O.), lavaggio dell'estratto con piccolo volume di n.esano e determinazione spettrofotometrica dell'assorbimento nell'U.V. tra 260 e 350 nm.

Limite di assorbimento stabilito - 0,100 nel campo tra 260 e 350 nm.

Scarto analitico: \pm 0,020 espresso come assorbimento nell'U.V. rispetto alla lettura spettrofotometrica ottenuta.

Reattivi e sostanze ausiliarie:

- n.esano puro per spettrofotometria;
- Isoottano puro per spettrofotometria;
- Dimetilsolfossido (D.M.S.O.) puro per spettrofotometria;
- Naftalene puro per analisi;

Soluzione standard di riferimento: soluzione contenente mg 7,0 di naftalene per litro di isoottano. Tale soluzione, esaminata a 275 nm in celle di cm 1 di percorso ottico, deve dare un assorbimento approssimativamente uguale a 0,300.

Apparecchiatura

- Spettrofotometro per ultravioletto, attrezzato con celle di quarzo munite di tappo di quarzo o in politetrafluoroetilene;
- Imbuti separatori con tappo di vetro e rubinetto in politetrafluoroetilene, della capacità di ml 100 e di ml 50;
- Centrifuga da laboratorio, con motore elettrico, capace di raggiungere a pieno carico 2500 giri/minuto, munita di tubi conici da ml 10 di vetro, con tappi in politetrafluoroetilene;
- Pipette da ml 5;
- Cilindri graduati da ml 25.

Data la sensibilità del metodo, è necessario evitare ogni possibile contaminazione. A tale scopo la vetreria deve essere sottoposta a ripetuti trattamenti con bicromato di potassio e quindi ad abbondanti lavaggi con acqua di fonte ed infine con acqua distillata. Inoltre immediatamente prima dell'uso, lavare la vetreria con n.esano.

Non deve essere impiegato alcun tipo di grasso per lubrificare i rubinetti: la tenuta viene garantita dai rubinetti in politetrafluoroetilene, dato che alcuni idrocarburi policiclici aromatici sono fotosensibili, l'intero procedimento deve essere effettuato in ambiente a luce attenuata.

Si richiama l'attenzione sulla rigorosa necessità di effettuare l'intero procedimento senza alcun intervallo e nel tempo minore possibile, evitando soprattutto l'esposizione all'aria dell'estratto in D.M.S.O.

Infatti il D.M.S.O. è molto igroscopico e reagisce con l'ossigeno presente nell'aria; tracce di umidità possono dare valori di assorbimento inferiori a quelli reali: e tracce di ossigeno disciolto possono dare valori superiori a quelli reali.

L'eventuale presenza di antiossidanti volontariamente aggiunti all'olio può interferire nella determinazione. Pertanto il metodo deve essere applicato all'olio non additivato o, se applicato all'olio additivato, deve essere detratto il valore di assorbimento spettante all'antiossidante presente.

Procedimento:

Misurare ml 25 di olio del campione in esame nel cilindro graduato e trasferirli nell'imbuto separatore e mescolare. Prelevare con una pipetta ml 5 di D.M.S.O., introdurli nell'imbuto separatore ed estrarre vigorosamente per 2 minuti. Lasciare a sé per 15 minuti, cioè fino a quando lo strato inferiore non appaia limpido.

Trasferire lo strato inferiore nell'imbuto separatore da ml 50, aggiungere ml 2 di n.esano ed estrarre vigorosamente per 2 minuti. Lasciare a sé per alcuni minuti. Quindi trasferire la maggior parte dello strato inferiore in un tubo conico da centrifuga da ml 10, avendo cura di non prelevare il velo di emulsione presente eventualmente tra le due fasi.

Immediatamente chiudere con il rispettivo tappo il tubo da centrifuga e centrifugare per 10 minuti a 2500 giri/minuto. Per mezzo di una pipetta da ml 5 trasferire la parte inferiore del liquido, perfettamente limpida, in una cella spettrofotometrica di cm 1 di percorso ottico. Se il liquido non è perfettamente limpido proseguire la centrifugazione.

Parallelamente effettuare una: prova in bianco nel modo seguente: con una pipetta prelevare ml 5 di D.M.S.O. ed introdurli in un imbuto separatore da ml 50 insieme a ml 25 di n.esano. Estrarre vigorosamente per 2 minuti. Lasciare a sé per 2 minuti e quindi trasferire cautamente la maggior parte dello strato inferiore in un tubo da centrifuga da ml 10.

Chiudere immediatamente il tubo con il rispettivo tappo e centrifugare per 10 minuti a 2500 giri/minuto. Per mezzo di una pipetta da ml 5 trasferire la parte inferiore del liquido, perfettamente limpida, in una cella spettrofotometrica da cm 1 di percorso ottico.

Immediatamente chiudere con i tappi di politetrafluoroetilene le due celle contenenti rispettivamente l'estratto relativo al campione in esame e quello relativo al bianco reattivo, ed effettuare la misura spettrofotometrica del primo rispetto al secondo, alle seguenti lunghezze d'onda: 260, 264, 270, 275, 280, 285, 290, 295, 300, 325, 350 nm prendendo nota delle letture fino alla terza cifra decimale.

Se tutte le operazioni indicate sono eseguite in modo rapido e corretto, tendente ad evitare ogni intervallo ingiustificato tra una fase e l'altra ed ogni esposizione apprezzabile dell'estratto in D.M.S.O. all'aria, quanto descritto è sufficiente a dare valori esatti. Nel caso in cui le rigorose condizioni sopraindicate non potessero essere rispettate si può effettuare un lavaggio dell'estratto e del bianco reattivi con azoto, nella stessa cella spettrofotometrica, al fine di allontanare l'ossigeno eventualmente disciolto. Detto lavaggio si esegue nel modo seguente: introdurre nelle due celle rispettivamente due tubi di vetro (diametro int. mm. 5) sfilati a capillare (diametro interno mm. 0,5) e collegati con una bombola di azoto purissimo, secco ed esente da ossigeno (purezza 99,999% minimo), munita di riduttore di pressione. Il lavaggio con azoto deve essere sotto forma di una corrente abbastanza rapida in bolle molto fini, e protratto per 15 minuti, avendo cura di non inquinare in alcun modo l'estratto. Al termine del lavaggio chiudere immediatamente le celle con i rispettivi tappi e procedere alla misura spettrofotometrica.

Si richiama l'attenzione sulla delicatezza dell'operazione che dovendo essere effettuata sull'estratto stesso da sottoporre alla misura spettrofotometrica, richiede particolari cure.

Valutazione:

L'assorbimento dell'estratto del campione in esame, nell'intera regione tra 260 e 350 nm non deve essere superiore a 0,100. Come indicato precedentemente, è ammesso uno scarto analitico espresso in misura di assorbimento, di $\pm 0,020$.

Neri di carbone

([**N.B.**: così come disposto dall'art. 3 del D.M. 22 luglio 1998, n.338 le dizioni "benzene" e "benzenico" sono da sostituirsi, rispettivamente, dalle seguenti: "toluene" e "toluenico"])

Principio del metodo:

a) Estratto benzenico: il campione in esame viene sottoposto ad estrazione con benzene, in Soxhlet, per 24 ore; dopo evaporazione a secco del solvente, il residuo ottenuto viene pesato.
b) Assorbimento nell'U.V. dell'estratto - All'estratto benzenico ottenuto nelle stesse condizioni da una pari aliquota dello stesso campione si aggiungono ml 1 di n.esadecano, si evapora il solvente con successive aggiunte di alcool metilico per allontanare completamente il benzene, si discioglie il residuo in n.esano e si estrae con dimetilsolfossido (DMSO). L'estratto è quindi diluito con acqua e sottoposto a riestrazione con isoottano. La soluzione finale isoottanica finale viene sottoposta ad esame spettrofotometrico nell'U.V., tra 280 e 400 nm.

Limiti:

- a) estratto benzenico: non deve essere superiore a 0,1 per cento in peso;
- b) assorbimento nell'U.V.: (per cm 1 di percorso ottico):
 - tra 280 e 289 nm 0,15;
 - tra 290 e 299 nm 0,12;
 - tra 300 e 359 nm 0,08;
 - tra 360 e 400 nm 0,02.

Reattivi e sostanze ausiliarie:

- Benzene R.S. per spettrofotometria;
- Ovatta sgrassata;
- n.Esadecano puro per gas-cromatografia (esente da olefine);
- Alcool metilico R.S. per spettrofotometria;
- n.Esano puro per spettrofotometria;
- Dimetilsolfossido puro per spettrofotometria;
- Acqua bidistillata, ottenuta da acqua distillata, ridistillata prima dell'uso su acido solforico e potassio permanganato;
- Sodio solfato anidro granulare RP;
- Azoto in bombole, purissimo, al 99,999 per cento.

Apparecchiatura:

- Estrattori di Soxhlet, muniti di palloni da ml 500 e di tali da estrazione previamente lavati a riflusso con benzene;
- Imbuti separatori, muniti di tappo di vetro e di rubinetto in politetrafluoroetilene, della capacità di ml 100 e di ml 50;
- Pipette da ml 1, ml 5 e ml 10;
- Imbuti con setto poroso tipo Jena G/1 o 17/D1;

- Palloncini tarati da ml 25;
- Evaporatore rotante;
- Spettrofotometro per visibile ed ultravioletto, attrezzato con celle da cm 1 e da cm 4 di percorso ottico.

Procedimento:

a) Determinazione dell'estratto benzenico. Pesare in un ditale da estrazione g $25 \pm 0,2$ del campione in esame e chiudere il ditale stesso con un batuffolo di ovatta sgrassata. Introdurre nel pallone da ml 500 dell'apparecchio di Soxhlet ml 300 di benzene, porre il ditale contenente il campione nello stesso apparecchio ed estrarre per 24 ore. Ad estrazione terminata (avendo cura di riunire nel pallone tutto il solvente di estrazione) si innesta il pallone all'evaporatore rotante e si evapora, senza far bollire, fino a piccolo volume (circa ml 20). Quindi si trasferisce quantitativamente il volume residuo in beker tarato da ml 100 con opportuni piccoli lavaggi nel pallone con benzene. Si evapora a secco su bagnomaria ed infine si secca in stufa fino a peso costante (generalmente è sufficiente 1 ora). Si raffredda in essiccatore e si pesa.

Parallelamente evaporare, nelle stesse condizioni, un volume di benzene pari a quello impiegato per l'estrazione e per i lavaggi. Il peso del residuo del solvente va detratto da quello del residuo dato dal campione in esame.

b) Controllo dell'assorbimento all'U.V. - Premessa: Data la sensibilità del metodo, è necessario evitare ogni possibile contaminazione. A tale scopo la vetreria deve essere sottoposta a ripetuti trattamenti con bicromato di potassio e quindi ad abbondanti lavaggi con acqua di fonte ed infine con acqua distillata.

Inoltre, immediatamente prima dell'uso lavare la vetreria con n.esano.

Non deve essere impiegato alcun tipo di grasso per lubrificare i rubinetti: la tenuta viene garantita dai rubinetti in politetrafluoroetilene. Dato che alcuni idrocarburi policiclici aromatici sono fotosensibili, l'intero procedimento deve essere effettuato in ambiente a luce attenuata. Pesare, in un ditale di estrazione g $25 \pm 0,2$ del campione in esame ed effettuare l'estrazione in Soxhlet con benzene per 24 ore, con le stesse modalità indicate precedentemente.

Aggiungere all'estratto benzenico ml 1 di n.esadecano ed evaporare in evaporatore rotante, sotto lieve corrente di azoto, fino al volume di ml 1 di n.esadecano.

Per tre volte consecutive aggiungere al residuo ml 10 di alcool metilico ed evaporare ogni volta fino al volume di ml 1 per allontanare ogni traccia di benzene.

Aggiungere al residuo nello stesso pallone, ml 120 di n.esano, eventualmente riscaldando leggermente su bagnomaria, in modo da ottenere la completa dissoluzione del residuo. Trasferire in imbuto separatore da ml 100, completando il trasferimento con due successivi lavaggi del pallone, ciascuno con ml 3 di n.esano.

Aggiungere ml 5 di D.M.S.O. ed estrarre vigorosamente per 2 minuti. Lasciare a sé per alcuni minuti fino a perfetta separazione delle due fasi. Trasferire cautamente lo strato inferiore in un secondo imbuto separatore da ml 50 contenente ml 10 di acqua bidistillata. Pertanto l'estratto in D.M.S.O. è così diluito nell'acqua bidistillata.

Aggiungere ml 5 di isoottano ed estrarre vigorosamente per 2 minuti. Dopo separazione delle fasi, trasferire lo strato acquoso inferiore in altro imbuto separatore da ml 50 già contenente ml 5 di isoottano. Estrarre per 2 minuti e dopo separazione delle fasi, scartare la fase acquosa.

Lavare ciascuno dei due strati isoottanici con due successive aliquote di ml 5 di acqua bidistillata, scartando ogni volta lo strato acquoso. Filtrare il primo strato isoottanico attraverso un imbuto con setto poroso contenente g. 3,5 di sodio solfato anidro (precedentemente lavato con isoottano), raccogliendo in un palloncino tarato da ml 25. Lavare il primo imbuto separatore con il secondo estratto isoottanico e trasferire il lavaggio, attraverso lo stesso imbuto di filtrazione, nello stesso palloncino tarato. Lavare nell'ordine il secondo ed il primo imbuto separatore con ml 5 di isoottano e trasferire il lavaggio, attraverso l'imbuto di filtrazione, nel palloncino tarato. Portare al volume di ml 25 con isoottano. Determinare l'assorbimento spettrofotometrico della soluzione nella regione compresa tra 280 e 400 nm, in celle da cm 4 di percorso ottico, assumendo come riferimento l'estratto ottenuto da una prova in bianco con tutti i solventi e reattivi e attraverso l'intero procedimento descritto, in assenza del campione in esame.

ALLEGATO IV, SEZ. V - CONTROLLO ANALITICO DELLA COMPOSIZIONE DELLE PELLICOLE DI CELLULOSA RIGENERATA

Principio del metodo

Si procede anzitutto all'identificazione del tipo di cellulosa rigenerata: se ambedue i lati della pellicola danno, con bleu di metilene, una colorazione bleu, si tratta di cellulosa rigenerata normale non laccata; se un lato non reagisce, la pellicola è monolaccata; se nessuno dei due lati reagisce, la pellicola è bilaccata. Inoltre toccando le superfici laccate con una soluzione solforica di difenilammina, una colorazione gialla che vira a bleu indica che si tratta di lacca di diversa natura.

Sulle pellicole si determina l'umidità con il reattivo di K. Fischer.

Il controllo delle pellicole di cellulosa normale toccata è basato sul seguente principio: si asportano, mediante ripetuti lavaggi con acqua, a caldo, le sostanze idrosolubili; quindi si estraggono gli additivi con miscela di cloroformio-alcool etilico e vengono determinati per pesata; viene determinata per pesata anche la cellulosa rigenerata, già privata delle sostanze solubili in acqua e di quelle solubili in solventi organici. Gli ammorbidenti vengono determinati per differenza tra 100 e la somma della cellulosa rigenerata e degli additivi. Tutte le percentuali trovate sono riferite alla cellulosa rigenerata anidra.

Il controllo delle pellicole di cellulosa rigenerata mono-bilaccata viene effettuato asportando anzitutto, mediante l'uso di una apposita cella, la lacca superficiale, che viene determinata per pesata. Successivamente la pellicola viene esaminata secondo le modalità previste per la cellulosa rigenerata normale non laccata, per la determinazione degli additivi, della cellulosa rigenerata e degli ammorbidenti.

1 - Identificazione del tipo di cellulosa rigenerata in esame

1.1. Identificazione della cellulosa rigenerata normale, monolaccata, bilaccata.

Porre alcune gocce di una soluzione acquosa al 4% di bleu di metilene su un campione della pellicola in esame non stampata e non accoppiata. Lasciare a contatto il reattivo per un minuto, quindi lavare con acqua di fonte e asciugare con carta da filtro.

Se nei punti di contatto del reattivo permane una netta colorazione bleu, la superficie esaminata non è laccata.

Ripetere il saggio sull'altro lato del campione. Se anche in questo caso si ottiene una colorazione bleu, la pellicola è normale. Se uno solo dei due lati presenta la colorazione bleu, la pellicola è monolaccata. Se nessuno dei due lati presenta la colorazione bleu, la pellicola è bilaccata.

1.2. Identificazione della cellulosa rigenerata monolaccata o bilaccata alla nitrocellulosa.

Tale saggio si applica alle superfici riconosciute come laccate, allo scopo di distinguere se trattasi di lacca alla nitrocellulosa o di altro tipo.

Sciogliere alcuni cristalli di difenilammina in ml 2-3 di acido solforico concentrato. Porre una goccia del reattivo così preparato sulla superficie in esame. Se la goccia di reattivo si colora in giallo e vira al bleu, la superficie in esame è laccata alla nitrocellulosa.

2 - Controllo delle pellicole di cellulosa rigenerata normale

2.1. Preparazione del campione d'analisi.

Prelevare un campione medio di cellulosa rigenerata normale non stampata del peso di g 20 circa, ritagliarlo in pezzi di circa cm 2 x 2 e conservarlo in recipiente chiuso.

2.1.1. Per la determinazione dell'umidità.

Dal campione d'analisi indicato in 2.1. prelevare 3 aliquote, ciascuna da g 0,5 circa, pesate con l'esattezza di g 0,0002 in pesafiltri, da impiegare per la determinazione dell'umidità in triplo. Prima di effettuare le pesate i pezzi devono essere ulteriormente tagliati in frammenti di circa cm 0,5x0,5. Conservare nei pesafiltri chiusi.

2.1.2. Per la determinazione degli additivi della cellulosa e degli ammorbidenti.

Dal campione di analisi indicato in 2.1. prelevare 3 aliquote, ciascuna di g 2 circa, in altrettanti pesafiltri, pesate con l'esattezza di g 0,0002. Conservare nei pesafiltri chiusi.

2.2. Determinazione dell'umidità.

I campioni preparati secondo 2.1. I. vengono sottoposti alla determinazione dell'umidità. Sia p il peso di ciascun campione in grammi.

Nel recipiente di titolazione di un'apparecchiatura di K. Fisher si pongono ml 20 di alcool metilico anidro e si neutralizza fino al viraggio dal giallo paglierino al giallo rossastro con reattivo K. Fisher (metodo visivo) od elettrometricamente, sotto agitazione magnetica.

Si versano quindi rapidamente i ritagli del campione esattamente pesati nello stesso recipiente di titolazione, si chiude ermeticamente e si agita per circa 15 minuti con agitatore magnetico.

Si titola con lo stesso reattivo, fino al viraggio dal giallo paglierino al giallo rossastro (metodo visivo) od elettrometricamente.

Sia a il consumo in ml di reattivo.

Si determina poi l'equivalente in acqua del reattivo impiegato. A questo scopo ml 10 di alcool metilico sono neutralizzati come sopra descritto, con lo stesso reattivo, senza tener conto del volume impiegato; quindi si pone nel recipiente di titolazione un quantitativo esattamente pesato di tartrato sodico diidrato (g 0,2 circa), conservato in essiccatore. Si titola nuovamente fino a viraggio.

L'equivalente in acqua del reattivo è dato da:

$$e = \frac{\text{peso del tartrato sodico in g} \times 0,1566}{\text{g H}_2\text{O equivalenti a 1ml di}}$$

ml di reattivo

reattivo impiegato

Il contenuto in umidità w% è dato da

$$W\% = \frac{aXeX100}{p}$$

p

2.3. Determinazione degli additivi, della cellulosa e degli ammorbidenti.

Ognuno dei 3 campioni preparati secondo il punto 2.1.2. ciascuno di peso q, in grammi, viene posto in becher da ml 250, già contenente ml 100 di acqua distillata preriscaldata. Portare all'ebollizione per 10 minuti, agitando di tanto in tanto con una bacchetta di vetro. Scartare il liquido di estrazione. Ripetere altre due volte l'estrazione della cellulosa, secondo le stesse modalità, ogni volta con ml 100 di acqua e scartare i liquidi di estrazione.

Sottoporre la cellulosa rigenerata ad un ulteriore lavaggio con ml 150 di acqua distillata fredda, che vengono poi scartati.

Per la determinazione degli additivi e della cellulosa e per il calcolo degli ammorbidenti si procede come segue:

2.3.1. Determinazione degli additivi (A%).

La cellulosa proveniente dall'estrazione con acqua indicata al punto 2.3. previamente asciugata nel becher sul bagnomaria, viene posta in contatto, nello stesso becher da ml 250, con ml 100 di miscela cloroformio-alcool etilico (1:1); coprire con vetro da orologio e scaldare su bagnomaria per 2 ore a 50°C, agitando di tanto in tanto con una bacchetta di vetro. Travasare il liquido di estrazione in becher da ml 100 tarato ed evaporatore su bagnomaria.

Ripetere una seconda estrazione con altri ml 100 della stessa miscela, con identiche modalità, versando il liquido di estrazione nello stesso becher, allontanando completamente il solvente su bagnomaria.

Porre in stufa a 100°C per 2 ore e pesare. Effettuare una prova in bianco evaporando ml 200 della stessa miscela e determinando il peso del residuo, che va detratto da quello degli additivi determinati. Sia y il peso degli additivi trovato e così corretto; il contenuto in additivi, riferito alla cellulosa rigenerata anidra è dato da:

2.3.2. Determinazione della cellulosa (B %).

La cellulosa proveniente dall'estrazione con miscela cloroformio-alcool etilico (punto 2.3.1.), raccolta nel becher da ml 250, già bene strizzata mediante bacchetta di vetro si pone in posafiltro tarato e con esso in stufa a 100°C per 15 ore. Allo scadere del tempo si mette a raffreddare in essicatore per 20 minuti e si pesa. Sia x il peso trovato in grammi.

Il contenuto in cellulosa è dato da:

2.3.3. Calcolo degli ammorbidenti (C %).

Il contenuto in ammorbidenti rispetto a g 100 di cellulosa rigenerata anidra si ottiene da:

$$C\% = 100 - (A + B)$$

Nella fase acquosa, oltre agli ammorbidenti, possono disciogliersi anche i composti idrosolubili indicati nell'allegato II, voce additivi. Tali composti, impiegati nel corso della lavorazione, che possono residuare in tracce nel prodotto finito e non determinano, nelle condizioni d'impiego, problemi di ordine sanitario, vanno calcolati, ai fini analitici, insieme agli ammorbidenti.

3 - Controllo delle pellicole di cellulosa rigenerata monolaccata o bilaccata

3.1. Preparazione del campione d'analisi.

Prelevare un campione medio non stampato costituito da n. 6 fogli, ciascuno delle dimensioni di cm 26x15, e determinarne il peso con la esattezza di g 0,0002.

Calcolare il peso medio g/cm², dividendo il peso ottenuto per la superficie totale (riferita ad un solo lato), pari a cm² 2340. Sia r il peso in g/cm² della cellulosa rigenerata mono o bilaccata tal quale. I sei fogli prelevati vengono così ripartiti:

3.1.1. Per la determinazione dell'umidità.

N. 2 fogli vengono ritagliati in frammenti di circa cm 0,5 x 0,5. Se ne prelevano quindi 3 aliquote, ciascuna di g 0,5 circa. Pesate con l'esattezza di g 0,0002 in pesafiltri, da impiegare per la determinazione in triplo.

3.1.2. Per la determinazione della lacca, degli additivi, della cellulosa e per il calcolo degli ammorbidenti.

N. 4 fogli vengono adibiti a tale scopo.

3.2. Determinazione dell'umidità.

3.2.1. Su pellicole mono o bilaccate alla nitrocellulosa.

La determinazione dell'umidità si esegue esattamente secondo quanto indicato al punto 2.2. per la cellulosa rigenerata normale.

3.2.2. Su pellicole mono o bilaccate, non alla nitrocellulosa.

La determinazione dell'umidità si esegue secondo quanto indicato al punto 2.2. con le seguenti modifiche:

- in sostituzione dell'alcool metilico si adotta la miscela solvente anidra costituita da:

- alcool metilico 40 parti (in volume)

- toluolo 42 parti (in volume)

- etile acetato 18 parti (in volume)

- piridina 5 parti (in volume).

Inoltre il tempo di estrazione, indicato al punto 2.2. in 15 minuti, va aumentato a 25 minuti.

3.3. Determinazione della lacca, degli additivi, della cellulosa e calcolo degli ammorbidenti.

3.3.1 Determinazione della lacca.

3.3.1.1. Generalità sul procedimento.

La determinazione si effettua facendo uso dell'apposita cella

costituita da due lastre di acciaio inossidabile perfettamente lisce, delle dimensioni di cm 29 x 20, collegabili strettamente l'una all'altra mediante viti di fissaggio passanti attraverso uno spessore di bordo in teflon

Due fogli della pellicola in esame, ciascuno delle dimensioni di cm 26 x 15, vengono inseriti a contatto con le lastre metalliche, nel loro lato interno, e separati tra loro dallo spessore di bordo in teflon, avendo cura che il lato della pellicola rivolto verso l'interno della cella sia quello destinato al contatto con gli alimenti.

La cella così costituita determina una superficie esposta al contatto con il solvente pari a 2 (cm 25 x 12) = cm² 600, ed ha una capacità di cm³ 210.

3.3.1.2. Pellicole di cellulosa rigenerata laccata alla nitrocellulosa.

I due fogli in esame vengono inseriti nella cella come già indicato, facendo in modo che essi risultino perfettamente tesi.

Fig. 1- Cella per la determinazione della lacca descritta al punto 3.3.1.1.

Fig. 2 - Particolare della cella per la determinazione della lacca descritta al punto 3.3.1.1.

Quando la cella è strettamente serrata introdurre cautamente con un piccolo imbuto ml 200 di acetone distillato.

Lasciare a sé per 10 minuti, quindi sifonare con ogni cura il liquido di estrazione con un deposito di sifonamento, raccogliendo in becher da ml 600.

Effettuare una seconda estrazione in modo identico con altri ml 200 di acetone distillato, riunendo il secondo al primo estratto.

Trasferire l'intero estratto acetone in evaporatore rotante o in distillatore equivalente a concentrare fino ad un volume di ml 80-100.

Trasferire il volume residuo in becher tarato da ml 100 ed allontanare completamente il solvente su bagnomaria. È importante evitare l'ebollizione allo scopo di ottenere, sul fondo del becher, un film continuo costituito dalla lacca nitrocellulosica.

Lavare il residuo con due aliquote di acqua distillata bollente ciascuna di ml 50, operando in modo che la pellicola si distacchi dal fondo e scartando poi i due liquidi di lavaggio.

Il residuo contenuto nel becher da ml 100 viene portato su bagnomaria per allontanare la maggior parte dell'acqua e quindi essiccato in stufa a 100°C, fino a peso costante. Sia v il peso ottenuto, in mg. La quantità di lacca è data da:

3.3.1.3. Pellicola di cellulosa rigenerata laccata non alla nitrocellulosa.

Si procede esattamente come per la cellulosa rigenerata laccata alla nitrocellulosa, sostituendo all'acetone distillato il tetraidrofurano previamente distillato (con le dovute precauzioni) e riscaldato a 40-45°C.

Il residuo contenuto nel becher da ml 100 viene portato su bagnomaria per allontanare la maggior parte dell'acqua e quindi essiccato di stufa a 100°C, fino a peso costante. Sia v' il peso ottenuto in mg.

La quantità della lacca è data da:

3.3.2. Determinazione degli additivi, della cellulosa e calcolo degli ammorbidenti. Tali determinazioni si effettuano sulle pellicole che hanno già subito nell'apposita cella l'estrazione della lacca superficiale indicata al punto 3.3. 1.2. per le pellicole laccate alla nitrocellulosa o al punto 3.3.1.3. per le pellicole laccate non alla nitrocellulosa. Nel caso di pellicole bilaccate alla nitrocellulosa o non alla nitrocellulosa, prima di procedere alle determinazioni suddette si deve asportare la lacca anche dal lato non destinato al contatto con alimenti, con la stessa tecnica e con le stesse modalità già descritte. L'estratto contenente la lacca asportata dal lato non destinato al contatto con gli alimenti viene evaporato, lavato con acqua bollente, essiccato e pesato per conoscere la percentuale totale di lacca sui due lati. La pellicola estratta dalla cella viene ritagliata nelle dimensioni di cm 23 x 10, cioè prelevando esclusivamente la parte già esposta al contatto con il solvente ed eliminando i bordi con un margine di sicurezza (ciò risulta chiaramente evidente osservando la pellicola trattata). La pellicola così ottenuta viene lasciata per 30 minuti all'atmosfera ambiente e quindi ritagliata in frammenti di cm 2 x 2 circa.

Si riuniscono i frammenti provenienti da due pellicole, corrispondenti cioè alla superficie totale di cm² 460. Non è necessario pesare il campione d'analisi, perché, come indicato ai punti 3.3.1.2. e 3.3.1.3. si fa riferimento al peso calcolato moltiplicando il numero dei cm² prelevati (460) per il peso unitario r (punto 3.1.), e detraendo le percentuali di umidità e lacca relative.

Il campione suddetto viene posto in becher da ml 250, già contenente ml 100 di acqua distillata preriscaldata. Si procede poi come indicato ai punti 2.3., 2.3.1. e 2.3.2.

Si adottano per il calcolo le seguenti formule:

Additivi

Cellulosa

Ammorbidenti:

$$C\% = 100 - (A+B)$$

dove :

A% = percentuale di additivi sulla cellulosa rigenerata anidra

B% = percentuale di cellulosa sulla cellulosa rigenerata anidra

C% = percentuale di ammorbidenti sulla cellulosa rigenerata anidra

y = quantità pesata in g di additivi nel campione in esame

x = quantità pesata in g di cellulosa nel campione in esame

r = peso in g di 1 cm² della pellicola mono o bilaccata tal quale

w = percentuale di umidità sulla pellicola mono o bilaccata tal quale

v = percentuale di vernice totale sulla pellicola mono o bilaccata tal quale.

ALLEGATO IV - SEZ. VI - CONTROLLO ANALITICO DELLA COMPOSIZIONE DELLE CARTE E DEI CARTONI

Principio del metodo

Si procede anzitutto alla determinazione dell'umidità per essiccamento in stufa e sia U% l'umidità trovata. Tutte le determinazioni successive vengono riferite alla sostanza secca. Su un campione separato si determinano le sostanze di carica mediante combustione e determinazione delle ceneri. Siano C% le sostanze di carica trovate.

Le sostanze ausiliarie, costituite da sostanze solubili, parzialmente solubili o insolubili in acqua e/o solvente, sono determinate secondo lo schema seguente:

n) un campione di carta o cartone viene estratto a caldo con acqua; l'estratto è evaporato, essiccato, pesato ed espresso come percentuale riferita alla sostanza secca (Sa %) su di esso si effettua poi la determinazione colorimetrica degli amidi disciolti (S'a %);

b) su un campione separato si procede alla determinazione diretta degli amidi totali (S" a%).

Conseguentemente, il totale delle sostanze ausiliarie solubili e parzialmente solubili in acqua $Sa\% = Sa\% - S'a\% + S''a\%$;

c) lo stesso campione indicato in a), già estratto con acqua, viene estratto con miscela solvente etanolo-benzene 1:2; l'estratto è evaporato, essiccato, pesato ed espresso come percentuale riferita alla sostanza secca (Ss%) su di esso si effettua poi la determinazione ponderale della colofonia disciolta (S's%);

d) su un campione separato si procede alla determinazione diretta della colofonia totale (S" s%).

Conseguentemente, il totale delle sostanze ausiliarie solubili e parzialmente solubili in solvente $Ss\% = Ss\% - S's\% + S''s\%$;

e) le sostanze ausiliarie insolubili, costituite da sostanze azotate, vengono calcolate moltiplicando per il fattore empirico 4 il valore dell'azoto totale determinato, secondo Kjeldahl, su un campione separato, oppure, nel caso di impiego della sola resina melammina-formaldeide, dal valore della melammina determinata dopo idrolisi.

Sia I% la percentuale di sostanze ausiliarie insolubili in acqua e/o solvente.

Le sostanze ausiliarie A% totali sono date da:

$$A\% = Sa\% + Ss\% + I\%$$

Le materie fibrose F% si calcolano come complemento a 100 cioè

$$F\% = 100 - (C\% + A\%)$$

Procedimento

1) UMIDITÀ

Un campione di carta di circa 2 g viene posto in un pesafiltro tarato e lo si pesa con la precisione di 0,001 g. Il pesafiltro viene quindi messo in stufa e, dopo averne rimosso il coperchio, lo si mantiene per 1 ora a 105°C.

Trascorso tale tempo si chiude il pesafiltro e lo si pone in essiccatore, a temperatura ambiente; quindi si pesa.

La perdita in peso è dovuta al contenuto in umidità del campione e si esprime come percentuale U% riferita al peso originale.

2) SOSTANZE DI CARICA

Un campione di carta di almeno 2 g viene posto in una capsula o crogiuolo tarato e lo si pesa con la precisione di 0,0001 g. Si brucia la carta su becco Bensen con piccola fiamma (o anche in muffola) fino a carbonizzazione completa; si lascia quindi in muffola a 525°C + 25°C, per almeno 1 ora. Si lascia raffreddare la capsula in essiccatore e la si pesa con la precisione di 0,0001 g.

Le operazioni di calcinazione e pesata devono essere ripetute fino a peso costante. Il peso del residuo costituisce il contenuto in sostanze di carica del campione e si esprime come percentuale C%, riferita al peso secco della carta.

3) SOSTANZE AUSILIARIE

a) Solubili in acqua

Un campione di carta di 2-3 g, tagliato in frammenti di circa 0,5 cm² viene pesato con la precisione di 0,001 g e posto in estrattore continuo a caldo, a ricadere.

L'estrazione viene condotta con 150 ml di acqua per circa 2 ore. L'estratto acquoso viene concentrato su bagnomaria e quindi portato in un recipiente di peso tarato, dove si continua l'essiccamento fino a secchezza completa. Si porta infine in stufa a 105°C fino a peso costante con la precisione di 0,001 g.

Il peso del residuo costituisce il totale delle sostanze solubili in acqua e si esprime come percentuale Sa% riferita al peso secco della carta.

Sul residuo si effettua la determinazione degli amidi disciolti (parzialmente solubili), secondo le modalità descritte al paragrafo b). Sia s% la percentuale di amidi disciolti, determinata sul residuo dell'estratto acquoso, riferita al peso secco della carta.

b) Determinazione sulla carta degli amidi totali

Circa 1g del campione, pesato con l'approssimazione di 0,001 g e tagliato in frammenti di 0,5-1 cm, viene posto in un omogeneizzatore con 60 ml di acqua distillata. Dopo omogeneizzazione, si trasferisce l'omogenato in un becher da 250 ml, lavando l'omogeneizzatore con aliquote di acqua distillata sufficienti per raggiungere il volume complessivo di 100 ml. Si riscalda per 15 minuti in bagnomaria quasi bollente.

Si trasferisce il contenuto del becher in un imbuto con setto poroso da 50 ml, si aspira la soluzione in un pallone da vuoto da 500 ml e si lava il residuo con 10-12 ml di acqua calda. Si interrompe la aspirazione, si aggiungono 25 ml di HCl 1:1 nell'imbuto e si lascia agire per 175-180 secondi, quindi si fa aspirare la soluzione nel pallone. Si interrompe nuovamente l'aspirazione e si aggiungono ancora 25 ml di HCl 1:1, lasciando agire per 3 minuti. Si filtra, si interrompe l'aspirazione e si aggiungono altri 25 ml di HCl concentrato, lasciando agire per 19-20 secondi. Si filtra sotto aspirazione e si agita il pallone in modo che l'HCl si mescoli con il filtrato. Si lava il residuo con circa 200 ml di acqua calda (è bene verificare la completa eliminazione dell'amido dal campione, aggiungendo su questo una o due gocce di una soluzione diluita di iodio: l'amido, anche se presente in tracce, darà una colorazione blu. La reazione deve essere negativa, altrimenti la determinazione non è valida).

Si trasferisce la soluzione cloridrica contenente l'amido in pallone tarato da 500 ml, si raffredda a temperatura ambiente e si porta a volume. Si agita e se la soluzione è torbida per presenza di sostanze estranee o di carica, si centrifugano 50 ml per 10 minuti.

Si prelevano con una pipetta 25 ml di liquido limpido e si trasferiscono in un pallone tarato da 50 ml. Si versano inoltre nel pallone 2,5 ml della soluzione di KI/I₂ (7,5 g di KI e 5,0 g di I₂ si portano a 1000 ml con acqua distillata), si porta a volume con acqua distillata e si agita.

Si misura spettrofotometricamente l'assorbanza della soluzione a 580 nm rispetto ad una soluzione di riferimento costituita da 25 ml di HCl 1:10, 2,5 ml di soluzione di KI/I₂ diluendo a 50 ml con acqua.

Il contenuto di amido si ricava dalla curva di taratura, preparata come segue

Curva di taratura: Per preparare la curva di taratura si usa se possibile lo stesso amido presente nel campione, altrimenti si usa una miscela di amidi. Si pesano 0,1 g di amido (corretti per umidità e ceneri) in un becher da 250 ml, si aggiungono 100 ml di acqua distillata e si riscalda ancora per 15 min. Si filtra con aspirazione su di un setto poroso, si lava una volta con acqua calda e si filtra nuovamente. Si procede quindi come indicato per il trattamento di estrazione con acido cloridrico nel caso del campione in esame. Il filtrato è diluito a 500 ml in pallone tarati, come già fatto per il campione. Si centrifuga se necessario, un'aliquota di questa soluzione e se ne prelevano i volumi opportuni, su cui effettuare separatamente le reazioni con soluzione di KI/I₂ per costruire la curva di taratura.

Si sottolinea che il campione così preparato ed il campione in esame devono avere la stessa concentrazione e l'intervallo di tempo per le misure di assorbimento (formazione del complesso amido-iodio) devono essere esattamente uguali.

La soluzione così ottenuta ha la concentrazione di 0,2 g/l (= 0,2 mg/ml). In relazione alla concentrazione dell'amido nel campione, si predispongono le diluizioni seguenti:

	Punti corrispondenti della curva di taratura		
Concentrazione di amido nel campione mg/l	Soluzione amido 0,2 mg/ml ml	Acqua distillata ml	Soluzione di KI/I ₂ ml
-	-	-	-
10	2,5	0	2,5
20	5	2,5	2,5
30	7,5	5	2,5

40	10	7,5	2,5
50	12,5	10	2,5

Diluire con HCl 1:1 fino al volume di 50 ml.

Sia S''a% la percentuale di amidi totali determinata, riferita al peso secco della carta. La percentuale S% di sostanze ausiliarie solubili e parzialmente solubili in acqua è data da:

$$S_a\% = S_a\% - S'a\% * S''a\%$$

c) Solubili in miscela solvente etanolo-benzene (1:2)

Il campione di carta indicato al punto a), già estratto con acqua, viene trattato, per eliminare il residuo di acqua presente, con 50 ml di etanolo, che vengono conservati. Si procede, quindi ad una estrazione a caldo con 150 ml di miscela solvente etanolo-benzene 1:2 per 4 ore nello stesso estrattore. L'estratto viene concentrato unitamente ai 50 ml di etanolo di lavaggio e quindi evaporato a secchezza in un recipiente di peso tarato. Si essicca in stufa a 100°C fino a peso costante, con l'approssimazione di 0,001 g.

Il peso del residuo costituisce il totale delle sostanze solubili nella miscela solvente e si esprime come percentuale Ss% riferita al peso secco della carta.

Sul residuo si effettua la determinazione della colofonia disciolta (parzialmente solubile), secondo le modalità descritte al paragrafo d). Sia S'a% la percentuale di colofonia disciolta, determinata sul residuo dell'estratto in solvente, riferita al peso secco della carta.

d) Determinazione sulla carta della colofonia e derivati totali

Un campione di 5-7 g tagliato in strisce, viene pesato con l'approssimazione di 0,1 g.

Se il campione contiene in HCl 1 N per 5 minuti; si filtra, si lava per eliminare l'acido e si essicca a temperatura ambiente.

Le strisce da sottoporre ad estrazione vengono piegate a zig-zag e poste in un estrattore tipo Soxhlet, evitando che aderiscano tra loro. Si aggiunge nel pallone dell'estrattore il solvente costituito da 1 ml di HCl concentrato in 1000 ml di etanolo, in volume corrispondente a 2-2,5 volte la capacità del contenitore del sifone. Si procede all'estrazione effettuando circa 15 sifonature all'ora (circa 250 ml di solvente distillato per ora). Il tempo di estrazione è di 2 ore; per carta patinata o collata in superficie è di ore 2 e 1/2.

Al termine dell'estrazione si evapora il solvente, nello stesso pallone, su bagnomaria, fino all'eliminazione dell'odore di alcool e di HCl. Si pone il pallone in stufa a 105°C per 15 minuti, si raffredda a temperatura ambiente e si aggiungono 20 ml di etere anidro. La colofonia si scioglie in 5-30 secondi se non è ricoperta di materiale estraneo: in quest'ultimo caso tale materiale viene eliminato agitando con una bacchetta di vetro. Se la soluzione: eterea non è chiara, si lascia riposare per 15-20 minuti per favorire la coagulazione e la deposizione delle sostanze estranee. Si filtra la soluzione su carta da filtro a filtrazione lenta, unendo ad essa il lavaggio del pallone effettuato con 20 ml di etere e raccogliendo la soluzione in un becher previamente portato a peso costante. (In qualche caso può rendersi necessaria una ulteriore filtrazione per ottenere una soluzione chiara).

Si lava il filtro con un'altra aliquota di etere non superiore a 20 ml. Si fa evaporare l'etere nel becher tarato, quindi si essicca in stufa a 105°C per 15 minuti, si raffredda, si pesa con approssimazione di 0,001 g fino a peso costante (Avvertimento: non porre materiale imbevuto con etere in una stufa con fili elettrici scoperti).

Se sono presenti cere o paraffine, dopo avere pesato il becher con la colofonia e la cera, si aggiungono circa 25 ml di una soluzione alcoolica di idrossido di potassio 0,5 N, si riscalda ad una temperatura non superiore a 60°C per 15 minuti, si raffredda a temperatura ambiente e si trasferisce in un imbuto separatore. In esso si aggiungono 25 ml di etere e 150 ml di acqua distillata, e si agita; si aggiungono 2 g di NaCl, si agita di nuovo e si lasciano separare i due liquidi. Si travasa la soluzione acquosa in un altro imbuto separatore e si lava con 25 ml di etere. Si travasano le due soluzioni eteriche in un becher, si lavano i due imbuti separatori, con circa 20 ml di etere raccogliendo nello stesso becher. Si evapora cautamente l'etere. Si tratta il residuo secco con etere anidro e si filtra la soluzione risultante su setto poroso per eliminare ogni traccia di NaCl; si evapora il filtrato in un becher tarato. Si essicca il residuo a 105°C, si fa raffreddare e si pesa, con approssimazione di 0,001 g fino a peso costante.

Il peso ottenuto è dovuto alle cere ed all'insaponificabile della colofonia, che è valutabile in circa il 5% della colofonia.

Per ottenere il peso della colofonia, si sottrae al peso totale della colofonia e della cera già precedentemente determinato, il peso della cera e si divide per 0,95 per tenere conto dell'insaponificabile della colofonia sommatosi alle cere).

Sia S''s% la percentuale di colofonia e derivati determinati sulla carta, riferita al peso secco della carta.

La percentuale Ss% di sostanze ausiliarie solubili e parzialmente solubili in solvente è data da:

$$S_s\% = S_s\% - s's\% + s''s\%$$

e) Insolubili in acqua e solvente (sostanze azotate)

Determinazione dell'azoto totale nella carta. Un campione di 2 g circa, pesato con l'approssimazione di 0,005 g, viene posto in pallone Kjeldahl, nel quale si aggiungono 10 g di Na_2SO_4 , 0,7 g di HgO e 25 ml di H_2SO_4 concentrato. Il solfato di sodio e l'ossido di mercurio possono essere precedentemente mescolati a parte. Si agita leggermente fino a che il campione non sia impregnato dall'acido. Si tiene il pallone in posizione inclinata, sotto cappa di aspirazione, e si riscalda su piccola fiamma o con riscaldatore elettrico. Il riscaldamento deve essere lieve fino a che non cessi la schiuma, poi può essere aumentato in modo di regolare una leggera ebollizione, che si prosegue fino ad ottenere una soluzione limpida. Quando la soluzione si è raffreddata a temperatura ambiente, si aggiungono circa 300 ml di acqua distillata e 25 ml di soluzione di $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ (soluzione di tiosolfato sodico: 80 g di $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ si portano a 1000 ml con acqua distillata) per precipitare il mercurio. Si lascia riposare per 5-10 minuti agitando di tanto in tanto.

In una beuta da 500 ml si aggiungono 50 ml di acido borico con indicatori (l'acido borico e soluzione di indicatori: in pallone tarato da 1000 ml aggiungere 43 g di H_3BO_3 (esente da borace) 6 ml di soluzione di rosso metile e 4 ml di soluzione di blu di metilene ciascuna preparata con 0,1 g di indicatore in 100 ml di etanolo); si porta a volume con acqua distillata); si connette il tubo di sviluppo del pallone con la beuta, in modo che l'orifizio del tubo stesso sia appena immerso nella soluzione.

Si aggiungono nel pallone alcune palline di vetro o di pomice per regolare l'ebollizione. Tramite l'imbuto di carico, munito di rubinetto a tenuta, si introducono cautamente nel pallone 55 ml di soluzione di NaOH al 50% fredda. Si riscalda il pallone e si distillano circa 150 ml. La beuta di raccolta deve essere protetta dal calore durante la distillazione.

A distillazione ultimata, si disinserisce il tubo di raccolta e si interrompe il riscaldamento. Si lava il tubo di raccolta aggiungendo direttamente il lavaggio al liquido della beuta, si diluisce il distillato fino a circa 250 ml con acqua distillata e si titola fino ad ottenere una colorazione rosa (circa pH 4,9) con HCl 0,1 N. Durante la titolazione il colore passa dal verde al grigio e al rosa. Si esegue una determinazione in bianco usando gli stessi reattivi in assenza del campione.

La percentuale di sostanze insolubili (azotate) totali 1% presenti nel campione in esame è data da:

dove:

V = volume in ml di HCl (corretto per la determinazione in bianco) necessario per titolare il distillato;

N = normalità dell'acido;

P = peso secco del campione in g;

4 = fattore empirico di trasformazione dell'azoto in sostanze azotate totali (tenuto conto della lista positiva).

Determinazione della sola resina melamminica. Nel caso in cui sia presente nel campione esclusivamente resina melamminica quale sostanza ausiliaria azotata insolubile, la determinazione viene effettuata con il metodo seguente in sostituzione della determinazione dell'azoto totale:

Un campione di 1 g, pesato con l'approssimazione di 0,001 g, viene tagliato in frammenti di circa 0,5-1 cm che vengono posti in beuta da 250 ml unitamente a 100 ml di HCl 0,1 N (aggiungere palline di vetro). Si collega ad un condensatore e si fa bollire a ricadere per 1 ora.

Si filtra su carta da filtro in un pallone tarato da 200 ml. Si lava il campione sul filtro con circa 5 porzioni di HCl 0,1 N e si porta a volume con la stessa soluzione di HCl 0,1 N.

Entro due ore dalla fase di idrolisi, si misura spettrofotometricamente l'assorbanza della soluzione a 237 nm e a 260 nm, in celle di quarzo da 1 cm di spessore ottico, usando come riferimento HCl 0,1 N. Se la soluzione risulta troppo concentrata, tale da dare, una misura superiore a 0,6 a 237 nm, si diluisce un'aliquota della soluzione stessa con HCl 0,1 N, in modo di ottenere un'assorbanza compresa tra 0,2 e 0,6.

La percentuale di melammina presente nel campione è data da:

dove

$1,57 = 1,73 \times 0,91$; 1,73 è il fattore di trasformazione della melammina in resina melamminica e 0,91 è un fattore pratico per ottenere il valore reale;

A = assorbanza misurata;

f = fattore di diluizione (1,0 se non c'è stata diluizione);

V = volume dell' HCl 0,1 N, in ml (200);

a_{237} = assorbimento specifico della melammina (v. sotto);

P = peso del campione espresso in g di peso secco.

In questo caso, il valore ottenuto si assume come 1 %.

Determinazione dell'assorbimento specifico della melammina. Cristallizzazione della melammina: riscaldare 200 ml di NaOH al 5% fino al punto di ebollizione, togliere la sorgente di calore e aggiungere circa 4 g di melammina. Agitare fino a far disciogliere la maggior parte della sostanza, filtrare a caldo e lasciare a sé per alcune ore per consentire la cristallizzazione.

Filtrare con aspirazione su carta da filtro spessa o su setto poroso medio e quindi lavare con alcune aliquote di acqua

distillata a temperatura ambiente o refrigerata.

Disciogliere i cristalli in 150 ml di acqua distillata bollente, filtrare se si nota qualche torbidità e lasciare cristallizzare per una notte. Filtrare, lavare con qualche porzione di acqua distillata ed infine essiccare i cristalli di melammina su vetro da orologio per circa 2 ore a 105°C.

Determinare l'assorbimento della melammina come segue: trasferire circa 120 mg di melammina purificata ed essiccata in pallone tarato da 1000 ml. Disciogliere in HCl 0,1 N, diluire fino al segno con HCl 0,1 N e mescolare. Prelevare con una pipetta 5 ml di questa soluzione in un pallone tarato da 100 ml, diluire e portare a volume con HCl 0,1 N e mescolare. Questa soluzione ha una concentrazione di 0,6 mg di melammina in 100 ml. Misurare l'assorbanza di questa soluzione a 237 nm e a 260 nm usando HCl 0,1 N come riferimento, in celle di quarzo di 1 cm di percorso ottico (fenditura 0,8 mm).

L'assorbimento specifico della melammina a 237 nm è dato da:

$$a_{237} = A_{237}/c$$

dove :

a_{237} è l'assorbimento specifico a 237 nm

A_{237} è l'assorbanza a 237 nm

c è la concentrazione di melammina in g per 100 ml

f) Le sostanze ausiliarie totali sono date da:

$$A\% = S_a\% + S_s\% + I\%$$

dove :

$S_a\%$ = sostanze ausiliarie solubili e parzialmente solubili in acqua

$S_s\%$ = sostanze ausiliarie solubili e parzialmente solubili in solvente

$I\%$ = sostanze ausiliarie insolubili in acqua e solvente.

4. MATERIE FIBROSE

Le materie fibrose, espresse in percentuale riferita al peso secco della carta, si calcolano da:

$$F\% = 100 - (C\% + A\%)$$

dove :

$C\%$ = sostanze di carica

$A\%$ = sostanze ausiliarie

5. DETERMINAZIONE DEI REQUISITI DI PUREZZA DI CARTE E CARTONI IN CONTATTO CON ALIMENTI (inserito con D.M. 18.6.79)

5.1. Rivelazione della migrazione di imbiancanti ottici

1. Principio del metodo

Si pone un provino in esame in contatto e sotto pressione per 24 ore a temperatura di $20 \pm 2^\circ \text{C}$ tra due fogli testimoni costituiti da carta di fibra di vetro impregnati di acqua distillata. La rivelazione della migrazione di imbiancanti ottici è effettuata per confronto della fluorescenza alla luce ultravioletta del o dei testimoni con quella data da identici fogli di carta di fibra di vetro non esposti al contatto.

2. Apparecchiatura e reattivi

2.1. Fogli di carta di fibra di vetro Schleicher e Schull n.8 o equivalenti, privi di fluorescenza aventi le dimensioni di 60x90mm corrispondenti al peso di 60-70g/m²;

2.2. Lastre di vetro aventi le stesse dimensioni sopra citate;

2.3. Pellicole in polietilene;

2.4. Pesi statici da 1kg ciascuno;

2.5. Acqua distillata;

2.6. Lampada a raggi ultravioletti, a lunghezza d'onda di 366nm (vedi F.U.VIII Ed., Suppl.1978, pag.7)

3. Procedimento

Dal foglio in esame si ritagliano provini dalle dimensioni di 50 x 20 mm (provino in esame).

Due fogli di carta di fibra di vetro (2.1) (testimoni) vengono impregnati per rapida immersione, con acqua distillata (2.5). Al momento di estrarli, si fanno scorrere leggermente sul bordo del recipiente per liberarli dall'eccesso di acqua.

Si colloca il provino in esame tra i due testimoni e questi vengono interposti tra due lastre di vetro (2.2). Si avvolge il tutto in una pellicola di polietilene (2.3) in modo da evitare il contatto con l'aria e si lascia per 24 ore sotto un

carico di massa di 1 kg (2.4). Trascorso il tempo di contatto si allontanano dal provino i fogli testimoni e si lasciano essiccare al buio a temperatura ambiente.

4. Valutazione

I testimoni, osservati alla luce ultravioletta alla lunghezza d'onda di 366 nm (2.6) non devono presentare fluorescenza rispetto ad un foglio di carta di fibra di vetro sottoposto allo stesso trattamento dei testimoni ma non esposto al contatto con la carta (prova in bianco).

Nel caso di materiali non omogenei sulle due facce, nella valutazione dell'idoneità ha valore soltanto il testimone posto in contatto con la faccia destinata a venire in contatto con gli alimenti.

5.2. Determinazione del contenuto di policlorobifenili (PCB)

1. Principio del metodo

I PCB sono estratti con esano dagli imballaggi e, previa purificazione su colonna di florisil, vengono determinati mediante gascromatografia con rivelatore a cattura di elettroni.

2. Reattivi

2.1. n.Esano per spettrofotometria (RS) distillato a 68,5°C.

2.2. Florisil 60-100 mesh.

2.2.1. Trattamento del florisil: il florisil, in capsula di porcellana, viene posto in muffola per 5 ore, a 650°C e quindi per 30 minuti in stufa termostata a 130°C. Si lascia all'aria e al buio per 48 ore. Si conserva quindi in recipiente chiuso di vetro scuro.

2.2.2. Attivazione del florisil al momento dell'analisi; la quantità occorrente si pone in stufa a 130°C per una notte. Il florisil conserva la sua attività per 48 ore se mantenuto in beuta chiusa posto in essiccatore al buio.

2.3. Solfato di sodio anidro preventivamente essiccato in muffola a 500°C per 2 ore.

2.4. Etere di petrolio 40-60°C, distillato in presenza di Na₂CO₃ anidro e AgNO₃ (una punta di spatola). (Per 1 litro scartare la testa di 50 ml e la coda di 80 ml).

2.5. Etere etilico distillato di fresco in presenza di FeSO₄, anidro (2 g per 400 ml).

2.6. Standards di PCB.

3. Apparecchiatura

3.1. Bilancia tecnica, sensibilità 0,01g.

3.2. Beute della capacità di 100, 250, 500ml.

3.3. Palloncini tarati della capacità di 50ml e 200ml.

3.4. Palloncini a fondo tondo della capacità di 250ml muniti di tappo smeriglio.

3.5. Evaporatore rotante.

3.6. Colonne cromatografiche in vetro: diametro interno 18 mm, lunghezza 30 cm con rubinetto in teflon, provviste di setto poroso e di imbuto di carico.

3.7. Estrattore Soxhlet della capacità di 500ml.

3.8. Gascromatografo con rivelatore a cattura di elettroni.

4. Procedimento

4.1. Preparazione del campione.

Si pesa l'intero contenitore in esame o una parte rappresentativa di esso, possibilmente non inferiore a 30 g.

Il campione opportunamente tagliato in frammenti, viene posto in Soxhlet (3.7) con esano (2.1), aggiunto in ragione di 5 ml per ogni grammo di materiale. In casi particolari può essere adottato, se necessario, un volume maggiore di solvente per ricoprire interamente il campione.

Dopo 2 ore di estrazione, la soluzione viene concentrata a 10 ml e cromatografata in colonna (3.6), secondo il punto seguente.

4.2. Cromatografia su colonna di florisil.

4.2.1. Preparazione della colonna.

La colonna viene riempita con florisil attivato (2.2.2), per una altezza di 10 cm, si stratifica quindi il solfato di sodio (2.3) per circa 1,5 cm. Si fanno quindi eluire 50 ml di etere di petrolio (2.4) avendo cura che la colonna rimanga sempre coperta da uno strato di 1-2 mm di solvente.

4.2.2. Purificazione dell'estratto.

La soluzione ottenuta secondo il punto 4.1. viene trasferita sulla colonna cromatografica. Si eluisce con 200 ml di una miscela (94:6) (v/v) etere di petrolio etere-etilico (2.5) raccogliendo l'eluato in pallone a fondo tondo (3.4). In queste condizioni vengono eluiti i PCB.

L'eluato si concentra a piccolo volume in evaporatore rotante (3.5.) sotto vuoto a 35°C.

Eliminate a temperatura ambiente le ultime tracce di solvente, il residuo viene ripreso con volume adeguato e noto

di esano.

4.3. *Analisi gascromatografica.*

Si iniettano nel gascromatografo (3.8) esattamente 1-2 μ l dell'estratto in esame. Tra le condizioni operative possibili si citano a titolo di esempio le seguenti :

gascromatografo con rivelatore a cattura di elettroni Ni63;

colonna in vetro della lunghezza di m 2,5 diametro interno mm 4; riempita con una fase mista composta di Chromosorb WHP, 80-100 mesh contenente QF I al 7,5% e con Chromosorb WHP, 80-100 mesh contenente DC 200 al 5%, nel rapporto 1: 1;

temperatura della colonna: 180-195°C;

temperatura iniettore: 220°C;

temperatura rivelatore: 300°C;

gas di trasporto: azoto;

velocità di flusso: 30 ml/min.

5. *Preparazione degli standard*

Per ognuno dei PCB più significativi (generalmente vengono scelti quelli con percentuale di cloro pari a 42, 54, 60, 64, e 70), si prepara una soluzione a concentrazione nota (50-100 mg/litro). 10 ml di questa soluzione vengono passati su colonna di florisil e quindi sottoposti ad analisi gascromatografica secondo quanto indicato ai punti 4.2. e 4.3.

6. *Espressione dei risultati*

Dal gascromatogramma del campione si osserva a quale standard di PCB o miscela di essi sono riconducibili i residui di PCB eventualmente presenti nell'estratto in esame.

Si valuta la quantità di PCB presente nel campione confrontando la somma delle altezze dei picchi caratteristici ottenuti per il campione in esame con la somma delle altezze dei picchi corrispondenti rilevati per lo standard di riferimento a concentrazione nota e comunque prossima a quella del campione in esame, e tenendo conto della diluizione adottata al punto 4.2.2.

Al fine della valutazione di idoneità il contenuto di PCB totali, riferito al peso del campione in esame, deve risultare non superiore a 2 ppm.

5.3. *Determinazione della migrazione di piombo*

1. *Principio del metodo*

Il piombo, estratto con acido acetico al 3 % dagli imballaggi in carta e cartone, viene determinato mediante spettrofotometria di assorbimento atomico.

2. *Reattivi*

2.1. Acido acetico per spettrofotometria al 3 % v/v

2.2. Soluzioni a titolo noto di piombo.

3. *Apparecchiatura*

3.1. Spettrofotometro ad assorbimento atomico

3.2. Vetreteria decontaminata da piombo.

4. *Procedimento*

20 dm² di campione, privi di stampa, sono ritagliati in frammenti di 2 cm² circa e posti in contatto con 1 litro di acido acetico al 3% (2.1.) a 40°C per 24 ore.

Può essere utilizzato, se necessario, un diverso volume di solvente con una diversa quantità di campione purché sia sempre rispettato il rapporto citato 20 dm²/1 litro).

Al termine del contatto la soluzione, opportunamente concentrata, viene sottoposta alla determinazione del piombo mediante spettrofotometria di assorbimento atomico (3.1.) a fiamma, alla lunghezza d'onda di 283,3 nm. Le cessioni diverse da piombo non influiscono generalmente in modo significativo sulla determinazione; in casi particolari l'effetto matrice può essere controllato con il metodo delle aggiunte.

5. *Espressione dei risultati* [(Punto modificato da D.M. 2.12.80)]

Il risultato della determinazione si esprime in μ g per dm² del foglio in esame. Ai fini della idoneità del campione, il quantitativo di piombo presente non deve risultare superiore a 3 μ g per dm² ad eccezione dei contenitori per uova con guscio, per i quali il quantitativo di piombo presente non deve risultare superiore a 30 microgrammi per dm².

6. DETERMINAZIONE DELLA GRAMMATURA AREICA DELLO STRATO DEL RETRO DI UN CARTONE (inserito con D.M. 18.1.91 n. 90)

1. *Scopo e campo di applicazione*

Il metodo consente la determinazione della grammatura areica dello strato del retro di un cartone costituito di più strati.

2. *Principio*

Si rileva dal campione in esame un provino di superficie nota; il retro da staccare viene quindi ricoperto da carta assorbente preventivamente immersa in acqua distillata e posta su una lastra di vetro. Dopo un opportuno tempo di contatto, si procede al distacco del retro del provino di cartone che viene quindi seccato e pesato.

3. *Apparecchiatura*

3.1. Attrezzatura idonea per ritagliare i provini.

3.2. Righello millimetrato con divisioni 0,5 mm.

3.3. Carta assorbente di grammatura areica da 200 a 250g/m² e con ascensione capillare di 75mm circa nel tempo di 10minuti, misurata con il metodo Klemm.

3.4. Lastre di vetro di 20cm x 20cm circa.

3.5. Peso di 1 kg.

3.6. Ago ad estremità appiattita.

3.7. Pesafiltri.

3.8. Stufa termostata.

3.9. Essiccatore.

3.10 Bilancia analitica con sensibilità di 0,1mg.

4. *Reattivi*

Acqua distillata

5. *Procedimento*

5.1. Campione di prova.

Da ogni campione si ricava mediante idonea attrezzatura (3.1)(3.2), un provino da 10 x 10 cm escludendo le linee di cordonatura eventualmente presenti nel campione. Se l'area fra le cordonature non permette di ricavare un provino di dimensioni 10 x 10 cm, si ricava un provino con le massime dimensioni possibili e la sua area è determinata dalla misura delle dimensioni rilevate mediante righello, fermo restando che la superficie deve essere di 100 cm².

5.2. Trattamento del campione di prova

Si immergono tre fogli di carta assorbente (3.3) di dimensioni superiori a quelle del provino, in acqua distillata (4), si lasciano sgocciolare e si pongono su una lastra di vetro (3.4).

Si sovrappone il provino in esame in modo che il retro da staccare sia a contatto con la carta assorbente. Si copre con una seconda lastra di vetro e si applica un peso di 1 kg (3.5). Dopo quindici minuti circa si toglie quest'ultima lastra di vetro, si capovolge la prima in modo da liberare il provino, e si procede con cautela al distacco del vetro aiutandosi con l'ago ad estremità appiattita (3.6).

Si pone lo strato del retro ripiegato o le sue parti (nel caso di eventuale lacerazione) nel pesafiltri (3.7) già portato a costanza di peso, ed il tutto viene posto con il coperchio nella stufa (3.8) regolata a 105°C + 2°C fino a peso costante (cioè fino a quando due pesate successive effettuate ad un intervallo di due ore, non differiscano più dello 0,5%).

6. *Espressione dei risultati*

Si calcola la grammatura dello strato del retro del cartone seccato in stufa, espressa in grammi per metro quadrato, con la formula:

$$\frac{m}{a}$$

dove :

m è il peso dello strato del retro seccato in stufa espresso in grammi;

a è l'area della superficie in metri quadrati.

ALLEGATO IV - SEZ. VII - RIVELAZIONE DELLA MIGRAZIONE DI COLORANTI

Principio del metodo

Il metodo è applicabile per la rivelazione della migrazione di coloranti dai materiali disciplinati dal presente decreto, ad esclusione delle pellicole di cellulosa rigenerata, delle carte e dei cartoni rispondenti alle norme specifiche

indicate rispettivamente nel titolo II, Capo III e IV. Esso è basato sull'esame spettrofotometrico, tra 400 e 750 nm, del liquido ottenuto dalle prove di cessione.

Esecuzione della prova

Il liquido proveniente dalle prove di cessione (acqua distillata, soluzione acquosa di acido acetico al 3%, olio di girasole, soluzione acquosa di etanolo), viene sottoposto all'esame spettrofotometrico tra 400 e 750 nm, assumendo come riferimento lo stesso solvente non sottoposto alle prove di cessione.

Il liquido deve presentarsi assolutamente limpido. In caso di torbidità, si filtra su carta. L'esame spettrofotometrico viene effettuato per le soluzioni acquose, acetiche ed etanoliche, su celle di 10 cm di percorso ottico, per l'olio di girasole su celle di cm 1 di percorso ottico.

Nell'intervallo di lunghezza d'onda indicato, la trasmissione ottica deve essere non inferiore al 95% rispetto alla linea di base.

ALLEGATO V

Aglione;
ananas;
anguria;
anacardi con guscio;
arachidi con guscio;
banane;
castagne;
cipolle secche;
cocco;
fichi d'India;
legumi freschi con tegumento;
mandorle con guscio;
melograni;
meloni;
nocciole con guscio;
noci con guscio;
pinoli con guscio;
pistacchi con guscio.
