

DIVISIONE: **CHIMICA-FISICA**
DIVISION:

LABORATORIO: **IMBALLAGGI**
LABORATORY:

RAPPORTO DI PROVA
(Test Report)

Pag. 1
di/of
pag. 7

N° **554b/LCF/PKG/04**

Data: 13/10/04
Date:

IDENTIFICAZIONE E DESCRIZIONE DEL CAMPIONE:
SPECIMEN DESCRIPTION:

Codice 37216(1)/2, denominazione SIGILLO H.37 D 21,6 BEIGE, serigrafato

DATI IDENTIFICATIVI DEL CLIENTE:
CLIENT:

OREMPLAST S.r.l.
Via Martiri della Libertà, 60
48024 MASSA LOMBARDA (RA)

NORMA DI RIFERIMENTO:
REFERENCE STANDARD:

EN 1186-3, ENV 13130-7 2001; DM 21.3.73 e successivi aggiornamenti, recepimenti delle direttive europee 82/711/CEE, 85/572/CEE, 93/8/CEE, 97/48/CE, 2002/16/CE e 2002/72/CE; ; FDA 21 cfr. § 177.1210. e FDA 21 cfr. § 177.1520. Determinazione quantitativa di isocianati secondo norma UNI ENV 13130-8

DISTRIBUZIONE ESTERNA:
OUTSIDE DISTRIBUTION:

OREMPLAST S.r.l.
c.a. Sig. Filippo CASADEI LELLI

DISTRIBUZIONE INTERNA:
INSIDE DISTRIBUTION:

Copia: Responsabile Divisione

ENTE DI ACCREDITAMENTO:
ACCREDITATION BODY:

DATI GENERALI:

Data ricevimento campioni: 07.05.04

Data inizio prove: 11.05.04

Data fine prove: 31.05.04

Deviazione dai metodi di prova: NO

IDENTIFICAZIONE DEL CAMPIONE ESAMINATO:

Tappi serigrafati

CAMPIONAMENTO

Il campionamento iniziale è stato eseguito a cura del committente della prova.

Per l'esecuzione della prova sono stati prelevati casualmente dai campioni consegnati al Laboratorio i provini richiesti dalla norma tecnica adottata,

DICHIARAZIONE:

I risultati di prova contenuti nel presente rapporto si riferiscono esclusivamente al campione provato.

Il presente rapporto non può essere riprodotto parzialmente senza l'autorizzazione del Responsabile del Centro.

Rimissione dei report N. 254a/LCF/PKG/04 e 254b/LCF/PKG/04 per variazione intestazione.

DETERMINAZIONI EFFETTUATE:

1) Idoneità all'impiego a contatto con alimenti, alcolici, oleosi e grassi secondo DM n° 104 del 21/03/73 e successivi aggiornamenti, recepimenti delle direttive europee 82/711/CEE, 85/572/CEE, 93/8/CEE, 97/48/CE, 2002/16/CE e 2002/72/CE.

Norme: EN 1186-3.

Liquidi simulanti e condizioni di contatto:

soluzione di alcool etilico al 10% v/v: 10 giorni a 40°C (Simulante C)

La prova è stata effettuata per **IMMERSIONE** dei campioni provati nel liquido simulante.

2) Determinazione della migrazione di coloranti dai materiali disciplinati, mediante esame spettrofotometrico tra 400 e 750 nm, nel liquido ottenuto dalle prove di cessione eseguite nell'intervallo di lunghezza d'onda indicato, la trasmissione non deve essere inferiore al 95% rispetto alla linea di base con 10 cm di percorso ottico per il liquido simulante acquoso.

3) Determinazione della migrazione specifica di **VINILE ACETATO (VA)**, nei due liquidi simulanti, mediante analisi HEAD-SPACE/GC-MS (HP 19395 / HP6890+HP 5973) eseguita a 95°C per 2 ore. L'analisi è stata eseguita con tecnica di acquisizione SIM degli ioni più intensi e significativi del composto ricercato. La quantificazione è stata effettuata mediante una calibrazione esterna di Vinil Acetato nei medesimi liquidi simulanti.

4) Determinazione della migrazione specifica di Cloruro di Vinile Monomero (**CVM**), nel liquido simulante mediante analisi HS/GC-MS (HP 7694 /HP6890-HP 5973).
La quantificazione è stata effettuata mediante una calibrazione esterna di **CVM** nel medesimo liquido simulante.

5) ENV 13130-7 2001. Determinazione della migrazione specifica di **GLICOLE ETILENICO (EG)** e **GLICOLE DIETILENICO (DEG)** presente nel liquido di migrazione mediante analisi GC-MS (HP 6890+5973) con tecnica di iniezione on-column e acquisizione SIM (selected ion monitoring) degli ioni più intensi e significativi dei due composti ricercati. La quantificazione è stata effettuata mediante una calibrazione esterna di EG e DEG nel liquido simulante adottato.

6) DETERMINAZIONE DI ISOCIANATI (-NCO)

La quantificazione dei monomeri isocianici, presenti nell'espanso flessibile, viene condotta secondo le indicazioni della norma UNI ENV 13130-8.

La determinazione del contenuto di isocianati è eseguita ponendo una quantità nota di materiale (1 g) ridotto in piccoli frammenti in vial di vetro a tenuta ermetica.

Nel vial sono introdotti il solvente (10 ml di diclorometano), il riferimento interno (soluzione di 1-naftil isocianato), il reagente di derivatizzazione (soluzione di MAMA [9-(metilamminometil)antracene]).

Il vial viene mantenuto in agitazione per 12 + 12 ore, e l'estratto viene fatto evaporare sotto blando flusso di azoto, ripreso con il solvente costituito da 50 % N,N'-dimetilformammide e 50 % fase mobile utilizzata nell'analisi HPLC (acetone/acqua 80/20 con 3% trietilammina, pH 3.0), filtrato e sottoposto ad analisi HPLC.

L'analisi è eseguita con HPLC Agilent serie 1100, rivelatore fluorimetrico (lunghezza d'onda di eccitazione 254 nm e lunghezza d'onda di emissione 412 nm), colonna Discovery HSC18 da 25 cm, diametro 4.6 mm, granulometria 5 µm, temperatura del forno 23°C, iniezione 25 µl.

I limiti di rilevabilità: 0.05 ppm.

7) Verifica dell'idoneità al contatto alimentare secondo Code of Federal Regulations, FDA vol. 21, Cap. 177.1210.

Determinazione della frazione massima estraibile in **alcol etilico 8% v/v** alla temperatura di 120 °F per 24 ore (cfr. Tabella 4 pag. 237 ns. edizione)

8) Verifica dell'idoneità al contatto alimentare secondo Code of Federal Regulations, FDA, vol. 21 ns. edizione, Cap. 177.1520."Olefin polymers" par.(a)(3)(i), par.c spefication 3.1a:
Determinazione della frazione massima estraibile **in n-esano** a 50 °C: una quantità pesata di campione viene estratta a 50 °C per 2 ore e filtrata a caldo. Il filtrato viene portato a secco e pesato in una capsula tarata.
Determinazione della frazione massima solubile **in xilene** dopo estrazione alla temperatura di riflusso per 2 ore e filtrazione a 25 °C.

RISULTATI:

1) Nella tabelle seguente sono riportati i valori di **migrazione globale** rilevati nel liquido simulante adottato espressi in ppm (mg/kg).

Tappi serigrafati			
simulante: soluzione di alcool etilico al 10% v/v			
Condizioni di contatto: 10 giorni a 40 °C			
Migrazione globale	Valore determinato	Valor medio (scarto tipo)	Valore limite (secondo 2002/72/CE)
ppm	< 10	< 10	60 ± 12 ppm
	< 10		
	< 10		

2) Nella seguente tabella riportiamo i valori di **trasmissione ottica percentuale** conseguente alla migrazione di coloranti rilevati nel liquido simulante espressi in T %.

Tappi serigrafati			
simulante: soluzione di alcool etilico al 10% v/v			
Condizioni di contatto: 10 giorni a 40 °C			
Trasmittanza ottica (10 cm c.o.)	Valore determinato	Valor medio (scarto tipo)	Valore limite (LMS)
T %	> 99,0	> 99,0 %	> 95 %
	> 99,0		
	> 99,0		

3) Nella seguente tabella riportiamo i valori di migrazione specifica di VINIL ACETATO MONOMERO (VA) determinati nei due liquidi simulanti espressi in ppm (mg/Kg).

Tappi serigrafati			
Simulante: soluzione di alcool etilico al 10% v/v			
Condizioni di contatto: 10 giorni a 40°C			
Migrazione specifica di VA	Valore determinato	Valor medio (scarto tipo)	Valore limite (LMS)
ppm	< 10	< 10	12 ppm
	< 10		
	< 10		

4) Nella seguente tabella riportiamo il valore di migrazione specifica di Cloruro di Vinile monomero (CVM) determinato nel liquido simulante espresso in ppb (µ/L).

Tappi serigrafati			
Simulante: soluzione di alcool etilico al 10% v/v			
Condizioni di contatto: 10 giorni a 40°C			
Migrazione specifica di CVM	Valore determinato	Valor medio (scarto tipo)	Valore limite (LMS)
ppb	< 10	< 10	10 ppb
	< 10		
	< 10		

5) Nella seguente tabella riportiamo il valore di migrazione specifica di glicole etilenico (EG) e di glicole dietilenico (DEG) determinato nel liquido simulante, i valori sono espressi in ppm (mg/Kg).

Tappi serigrafati			
Simulante: soluzione di alcool etilico al 10% v/v			
Condizioni di contatto: 10 giorni a 40°C			
Migrazione specifica di EG+DEG	Valore determinato	Valor medio (scarto tipo)	Valore limite (LMS)
ppm	< 5	< 5	30 ppm
	< 5		
	< 5		

6) DETERMINAZIONE DI ISOCIANATI LIBERI SECONDO CALCOLO RIPORTATO AL PARAGRAFO 8 (ESPRESSIONE DEI RISULTATI) DELLA NORMA DI RIFERIMENTO

Il limite prescritto dalla direttiva 2004/19/CE è pari a 1 ppm (mg/Kg).

CAMPIONE	ISOCIANATI LIBERI (-NCO) in mg/Kg		
	I determinazione	II determinazione	III determinazione
Tappi serigrafati	< 0.2	< 0.2	< 0.2

7) Nella seguente tabella riportiamo i valori di migrazione nel liquido simulante alcolico secondo **FDA 177.1210** espressi in **mg/in²**

Tappi serigrafati			
Liquido di contatto	Condizioni operative	Valore determinato	Valore limite
alcol etilico 8% v/v	120 °F per 24 ore	0,07 mg/in ²	< 0,5 mg/in ²

8) Nella seguente tabella riportiamo la frazioni massima estraibili in n-esano e la frazione massima solubile in xilene secondo **FDA 177.1520**

Tappi serigrafati			
Frazione massima estraibile in n-esano		Frazione massima solubile in xilene	
Valore determinato	Valore limite	Valore determinato	Valore limite
3,3 %	5.5 %	6,9 %	30 %

CONCLUSIONI:

Nelle condizioni di prova adottate, le migrazioni globali, specifiche e del colore e la quantità di isocianati sono inferiori ai limiti massimi stabiliti dalla legislazione vigente per gli alimenti alcolici per i quali è previsto il simulante C e sono conformi ai requisiti FDA dei paragrafi citati.

Il campione esaminato da questo Centro e' pertanto idoneo a venire in contatto con gli alimenti indicati sopra, purché sia stato prodotto impiegando i monomeri e gli additivi riportati negli elenchi positivi delle disposizioni di legge costituenti il DM citato e nelle quantità (QM o LMS) massime ivi indicate e purché tali composti e la tecnologia di trasformazione impiegata non inducano una modificazione sfavorevole delle caratteristiche degli alimenti con cui il campione valutato entra in contatto nel corso della shelf life del prodotto.

RESP. DIV. CHIMICA-FISICA
Division Head
Dr. Gianluigi VESTRUCCI



RESP. CENTRO
Managing Director
Ing. Pasqualino CAU

