

31981L0432

L 167/6

IL-ĠURNAL UFFIĊJALI TAL-KOMUNITAJIET EWROPEJ

24.6.1981

ID-DIRETTIVA TAL-KUMMISSJONI

tad-29 ta' April 1981

li tistabbilixxi l-metodu ta' analiżi tal-Komunità għall-kontroll uffiċjali tal-vinyl chloride rilaxxat minn materjali u oġġetti f'oġġetti ta' l-ikel

(81/432/KEE)

IL-KUMMISSJONI TAL-KOMUNITAJIET EWROPEJ,

ADOTTAT DIN ID-DIRETTIVA:

Wara li ikkunsidrat it-Trattat li jstabbilixxi il-Komunità Ekonomika Ewropea,

Wara li ikkunsidrat d-Direttiva tal-Kunsill 78/142/KEE tat-30 ta' Jannar 1978 dwar l-approssimazzjoni tal-liġijiet ta' l-Istati Membri fuq materjali u oġġetti li jkun fihom *monomer* tal-vinyl chloride u li huma maħsuba biex jiġu f'kontatt ma' l-oġġetti ta' l-ikel ⁽¹⁾, u partikolarment l-Artikolu 3 tagħha,

Billi l-Artikolu 2 tad-Direttiva 78/142/KEE tistabbilixxi li l-materjali u l-oġġetti m'għandhomx iġhaddu fl-oġġetti ta' l-ikel li huma, jew li ngħabu f'kontatt ma' tali materjali u oġġetti kwalunkwe *vinyl chloride* li jista' jinstab permezz ta' xi metodu li għandu limitu ta' skoperta ta' 0.01 mg/kg, u l-Artikolu 3 li dan il-limitu għandu jkun ikkontrollat minn metodu ta' analiżi tal-Komunità;

Billi, fuq il-bażi ta' serje ta' provi kollaborativi bejn laboratorji, il-metodu deskritt fl-Anness wera li huwa suffiċjentement preċiż u reproducibbli biex jiġi adottat bħala metodu tal-Komunità;

Billi l-miżuri li għalihom tipprovdi din id-Direttiva huma skond l-opinjoni tal-Kumitat Permanenti dwar l-Oġġetti ta' l-Ikel,

Artikolu 1

L-analiżi neċessarja għall-kontroll uffiċjali ta' *vinyl chloride* rilaxxat minn materjali u oġġetti fl-oġġetti ta' l-ikel għandu jsir skond il-metodu deskritt fl-Anness ta' hawnhekk.

Artikolu 2

L-Istati Membri għandhom iġibu fis-sehh il-liġijiet, r-regolamenti u d-disposizzjonijiet amministrativi neċessarji biex ikunu konformi ma' din id-Direttiva mhux aktar tard mill-1 ta' Ottubru 1982. Għandhom jinfurmaw lill-Kummissjoni minnu-fih.

Artikolu 3

Din id-Direttiva hija indirizzata lill-Istati Membri.

Magħmula fi Brussel, fid-29 ta' April 1981.

Għall-Kummissjoni

Karl-Heinz NARJES

Membru tal-Kummissjoni

(¹) ĠU L 44, 15.02.78, p. 15.

ANNEX

DETERMINAZZJONI TA' VINYL CHLORIDE RILAXXAT MINN MATERJALI U OĠĠETTI FL-OĠĠETTI TA' L-IKEL**1. SKOP U QASAM TA' APPLIKAZZJONI**

Il-metodu jiddetermina l-livell ta' *vinyl chloride* fl-oġġetti ta' l-ikel.

2. PRINĊIPJU

Il-livell ta' *vinyl chloride* (VC) fl-oġġetti ta' l-ikel huwa determinat permezz ta' kromatografija tal-gass billi jintuża l-metodu tal-'*headspace*'.

3. REAĠENTI

3.1. *Vinyl chloride* (VC), ta' purità akbar minn 99.5 % (v/v).

3.2. *N, N-dimethylacetamide* (DMA), mingħajr ebda impurità bl-istess żmien ta' ritenzjoni bhall-VC jew daqs l-*istandard* intern (3.3) taht il-kondizzjonijiet tat-test.

3.3. *Diethyl ether* jew *cis-2-butene*, f' DMA (3.2) bhala soluzzjoni *standard* interna. Dawn l-*standards* interni ma jistgħux ikollhom impuritajiet bl-istess hin ta' ritenzjoni daqs il-VC, taht il-kondizzjonijiet tat-test.

3.4. Ilma distillat jew demineralizzat ta' purità ekwivalenti.

4. APPARAT

NB:

Strument jew biċċa apparat jissemma biss jekk huwa speċjali, jew magħmul skond spesifikazzjonijiet partikolari. Apparatt tal-laboratorju normali huwa meqjus li huwa disponibbli.

4.1. Kromatografu tal-gass b' il-*headspace sampler* awtomatiku jew b' faċilitajiet għal injezzjoni tal-kampjuni manwali.

4.2. Rivelatur ta' l-ionizzazzjoni tal-fjamma jew rivelaturi oħrajn imsemmija fil-punt 7.

4.3. Kolonna kromatografika tal-gass

Il-kolonna għandha tippermetti s-separazzjoni tal-qċaċet ta' l-arja, tal-VC u ta' l-*istandard* intern, jekk intuża.

Kif ukoll, is-sistema tal-4.2 u 4.3 kkombinata għandha tippermetti li s-sinjali akkwistat b'soluzzjoni li fiha 0.005 mg VC/litru DMA jew 0.005 mg VC/kg DMA jkun ugħali għall-inqas għal hames darbiet l-istorbju fl-isfond.

4.4. Fjali jew fliexken tal-kampjuni li għandhom septa tas-silicon jew tal-gomma tal-butyl.

Meta jintużaw tekniki manwali għat-tehid tal-kampjuni, it-tehid ta' kampjun mill-*headspace* b'siringa jista' jikkawża li jiffirma vakwu parzjali ġewwa l-fjala jew flixxkun. Għalhekk, għal tekniki manwali fejn il-fjali mhux pressurizzati qabel ma jittiehed il-kampjun, huwa rrakmandat l-użu ta' fjali kbar.

4.5. Mikro-siringi.

4.6. Siringi li ma jdahhlux gassijiet għat-tehid manwali tal-kampjuni tal-*headspace*.

4.7. Bilanċ analitiku preċiż sa 0.1 mg.

5. PROCEDURA

ATTENZJONI: VC huwa sustanza perikoluża u gass f'temperatura ambjentali għalhekk, il-preparazzjoni ta' soluzzjonijiet għandha ssir f'*fume cupboard* ventilat tajjeb.

NB:

Hu l-prekawzjonijiet kollha meħtieġa biex tiżgura li ma jintilef l-ebda VC jew DMA.

Għandu jintuża *standard* intern (3.3) meta jintużaw tekniki manwali għat-tehid tal-kampjuni.

Meta jintuża *standard* intern, għandha tintuża l-istess soluzzjoni matul il-proċedura kollha.

5.1. Preparazzjoni ta' soluzzjoni standard tal-VC (soluzzjoni A)

5.1.1. Soluzzjoni standard konċentrat tal-VC f' approssimament 2 000 mg/kg

Kejjel preċiżament sa l-eqreb 0.1 mg kontenitur xieraq tal-ħgieg u qiegħed kwantità ġo fiha (eż. 50 ml) ta' DMA (3.2). Erga' iżen. Żid mad-DMA kwantità (eż. 0.1 g) ta' VC (3.1) f'forma ta' likwidu jew gass, billi tinjettah bil-mod fuq id-DMA. Il-VC jista' jiżdied ukoll billi jitbaqbaq fid-DMA, sakemm tintuża attrezzaatura li tipprevjeni telf ta' DMA. Erga' iżen sa l-eqreb 0.1 mg. Stenna sagħtejn sabiex jinkiseb l-ekwilibriju. Jekk jintuża *standard* intern, żid l-*standard* intern sabiex il-konċentrazzjoni ta' l-*standard* intern fis-soluzzjoni *standard* konċentrata tal-VC ikun l-istess bhas-soluzzjoni interna *standard* preparata taħt punt 3.3. Żomm is-soluzzjoni *standard* ġo refriġeratur.

5.1.2. Preparazzjoni ta' soluzzjoni standard VC dilwita

Hu ammont imkejjel ta' soluzzjoni *standard* konċentrat ta' VC (5.1.1) u ddilwixxi, sa volum magħruf jew piż magħruf, bid-DMA (3.2) jew b' soluzzjoni interna *standard* (3.3). Il-konċentrazzjoni tas-soluzzjoni *standard* dilwita li tirriżulta (soluzzjoni A) hija espressa f'mg/litru jew mg/kg rispettivament.

5.1.3. Preparazzjoni tal-kurva ta' risposta bis-soluzzjoni A.

NB:

Il-kurva għandha tinkludi imqar seba' pari ta' punti.

Ir-repetibbiltà tar-risposti ⁽¹⁾ għandhom ikunu inqas minn 0.002 mg VC/litru jew kg ta' DMA.

Il-kurva għandha tiġi kkalkolata minn dawn il-punti bit-teknika ta' *least squares*, i.e., il-linja tar-rigressjoni għandha tiġi kkalkolata bl-użu ta' l-ekwazzjoni li ġejja:

$$y = a_1 x + a_0$$

fejn:

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

u:

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

fejn:

y = l-gholi jew l-arja tal-qċaċet f'kwalunkwe determinazzjoni wahdanija;

x = il-konċentrazzjoni korrispondenti fuq il-linja ta' rigressjoni;

n = in-numru ta' determinazzjonijiet imwettqa (n ≥ 14).

Il-kurva għandha tkun lineari, i.e. id-devjazzjoni *standard* (s) tad-differenzi bejn ir-risposti mkejla (y) u l-valur korrispondenti tar-risposti kkalkolati mil-linja ta' rigressjoni (z), diviża bil-valur medju ($\bar{y}$) tar-risposti kollha mkejla m' għandux jeċċedi 0,07

Dan għandu jkun ikkalkolat minn:

$$\frac{s}{\bar{y}} \leq 0.07$$

⁽¹⁾ Ara rakkomandazzjoni ISO DIS 5725: 1977

fejn:

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

u:

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

fejn:

y_i = kull risposta individwali imkejla;

z_i = il-valur korrispondenti tar-risposta (y_i) fuq il-linja ta' rigressjoni ikkalkolata;

n = ≥ 14

Ipprepara żewġ serje ta' għall-inqas seba' fjali (4.4). Żid ma' kull fjala volum ta' soluzzjoni *standard* ta' VC mhallat (5.1.2) u DMA (3.2) jew soluzzjoni interna *standard* f'DMA (3.3) sabiex il-konċentrazzjoni finali tal-VC tas-soluzzjonijiet doppji jkun approssimament daqs 0, 0,005, 0,010, 0,020, 0,030, 0,040, 0,050, eċċ., mg/litru jew mg/kg ta' DMA u li kull fjala fih l-istess volum totali tas-soluzzjoni. Il-kwantità ta' soluzzjoni ta' VC *standard* dilwita (5.1.2) għandha tkun tali li l-proporzjon bejn il-volum total (μ l) ta' soluzzjoni ta' VC miżjuda u l-kwantità (g jew ml) ta' DMA, jew soluzzjoni interna *standard* (3.3) ma teċċedix 5. Issigilla l-fjali u pproċedi kif deskritt taht il-punti 5.4.2, 5.4.3 u 5.4.5. Pingi graff li fih il-valuri ordinati juru $\bar{z}$ -żoni (jew għoli) tal-qċaċet tal-VC tas-soluzzjonijiet doppji, jew il-proporzjoni ta' dawn iż-żoni (jew għoli) għal daww tal-qċaċet rilevanti interni *standard*, u l-valuri abscissa juru l-konċentrazzjoni tal-VC tas-soluzzjonijiet doppji.

5.2. Validazzjoni tal-perparazzjoni tas-soluzzjonijiet *standard* ottenuti fil-punt 5.1

5.2.1. Preparazzjoni tat-tieni soluzzjoni *standard* tal-VC (soluzzjoni B)

Irrepeti l-proċedura deskritta fil-punti 5.1.1 u 5.1.2 biex tottjeni t-tieni soluzzjoni *standard* dilwita, f'dan il-każ b' konċentrazzjoni approssimament daqs 0,02 mg VC: 1, jew 0,02 mg VC/kg ta' DMA jew soluzzjoni interna *standard*. Żid din is-soluzzjoni ma' żewġt ifjali (4.4). Issigilla l-fjali u pproċedi kif deskritt fil-punti 5.4.2, 5.4.3 u 5.4.5.

5.2.2. Validazzjoni tas-soluzzjoni A

Jekk il-medja ta' żewġ determinazzjonijiet kromatografiċi tal-gass relatati mas-soluzzjoni B (5.2.1) ma turix differenza ta' aktar minn 5 % tal-punt korrispondenti tal-kurva ta' risposta akkwistata fil-punt 5.1.3., is-soluzzjoni A hija konvalidata. Jekk id-differenza hija akbar minn 5 %, warrab is-soluzzjonijiet kollha akkwistati fil-punti 5.1 u 5.2 u rrepeti l-proċedura mill-bidu.

5.3. Preparazzjoni tal-kurva ta' 'żieda'.

NB:

Il-kurva għandha tinkludi ta' l-anqas seba' pari ta' punti.

Il-kurva għandha tiġi kkalkolata minn dawn il-punti bit-teknika tal-*least squares* (5.1.3, tiolet inċiż).

Il-kurva għandha tkun lineari, i.e. id-devjazzjoni *standard* (s) tad-differenzi bejn ir-risposti mkejla (y) u l-valur korrispondenti tar-risposti kkalkolati mil-linja ta' rigressjoni (z), diviża bil-valur medju ($\bar{y}$) tar-risposti kollha mkejla m' għandux jeċċedi 0,07 (5.1.3. raba' inċiż).

5.3.1. Preparazzjoni ta' kampjun

Il-kampjun ta' oġġett ta' l-ikel li jkun se jiġi analizzat għandu jkun rappreżentattiv ta' l-oġġett ta' l-ikel preżentat għall-analiżi. Għalhekk l-oġġett ta' l-ikel għandu jithallat jew jiġi redott għal biċċiet żgħar u mhallat qabel ma jittiehed il-kampjun.

5.3.2. *Proċedura*

Ipprepara żewġ serje ta' għall-inqas seba' fjali (4.4). Żid ma' kull fjala kwantità, mhux anqas minn 5 g, ta' kampjun mehud mill-oġġett ta' l-ikel li qed jiġi investigat (5.3.1). Iżgura li ma' kull fjala jiżdied ammont indaq. Għalaq il-fjali mill-ewwel. Għal kull gramma tal-kampjun żid ma' kull fjala 1 ml, preferibbilment ilma distillat jew demineralizzat ta' purità għall-inqas ekwivalenti, jew solvent appropjat jekk hemm bżonn. (Nota: għal oġġetti ta' l-ikel omogeni, mhix neċessarja ż-żieda ta' ilma distillat jew demineralizzat.) Żid ma' kull fjala volum ta' soluzzjoni *standard* VC dilwita (5.1.2), li fiha l-*standard* intern (3.3), jekk jitqies utli, sabiex il-konċentrazzjonijiet ta' VC miżjuda mal-fjali ikunu daqs 0, 0,005, 0,010, 0,020, 0,030, 0,040 u 0,050, eċċ., mg/kg ta' oġġetti ta' l-ikel. Iżgura li l-volum totali ta' DMA jew DMA li fih l-*standard* intern (3.3) f'kull fjala huwa l-istess. Il-kwantità ta' soluzzjoni *standard* VC dilwita (5.1.2) u DMA miżjud fejn użati, għandhom ikunu tali li l-proporzjon bejn il-volum totali (µl) ta' dawn is-soluzzjonijiet u l-kwantità (g) ta' l-oġġett ta' l-ikel fil-fjala huwa baxx kemm jista' jkun iżda mhux aktar minn hamsa, u huwa l-istess fil-fjali kollha. Issigilla l-fjali u pproċedi kif deskritt f'punt 5.4.

5.4. **Determinazzjonijiet kromatografiċi tal-gass**

5.4.1. Ċaqlaq il-fjali u evita kuntatt bejn il-likwidu li fihom u s-septum (4.4) biex takkwista soluzzjoni jew suspensjoni tal-kampjuni ta' l-oġġett ta' l-ikel kemm jista' jkun omogeni.

5.4.2. Qiegħed il-fjali issigillati kollha (5.2 u 5.3) f'banju ilma għal sagħtejn 60 ± 1 °C biex thalli li jintlahaq ekwilibriju. Erġa' ċaqlaq, jekk meħtieġ.

5.4.3. Hu kampjun mill-*headspace* tal-fjala. Meta tuża tekniki manwali għat-tehid tal-kampjuni, wieħed għandu joqgħod attent li jinkiseb kampjun reproducibbli (4.4) partikolarment is-siringa għandha tkun imsahhna minn qabel għat-temperatura tal-kampjun. Kejjel iż-żona (jew għoli) tal-qċaċet relatati mal-VC u l-*standard* intern, jekk użat.

5.4.4. Pingi graf li fih il-valur ordnat juri ż-żoni (jew għoljiet) tal-qċaċet tal-VC jew il-proporzjoni taż-żoni (jew għoljiet) tal-qċaċet tal-VC għaž-żoni (jew għoljiet) tal-qċaċet *standard* interni u l-valuri tal-*abscissa* juru l-kwantitajiet ta' VC miżjuda (mg) relatati mal-kwantitajiet tal-kampjun ta' l-oġġett ta' l-ikel miżun f'kull fjala (kg). Kejjel l-interċett ta' l-*abscissa* mill-graf. Il-valur hekk ottenut huwa l-konċentrazzjoni tal-VC fil-kampjun ta' l-oġġett ta' l-ikel li qed jiġi investigat.

5.4.5. Nehhi mill-kolonna (4.3) DMA żejjed billi tuża metodu appropjat malli l-qċaċet tad-DMA jidhru fuq il-kromatogramma.

6. RIŻULTATI

Il-VC rilaxxat mill-materjali u l-oġġetti għal go l-oġġetti ta' l-ikel li qed jiġi investigat espress f'mg/kg għandu jiġi definit bħala l-medja taż-żewġ determinazzjonijiet (5.4) sakemm il-kriterju ta' repetibilità fil-punt 8 huwa soddisfatt.

7. KONFERMAZZJONI TAL-VC

F'każijiet fejn il-VC rilaxxat minn materjali u oġġetti fl-oġġetti ta' l-ikel kif ikkalkolat taht punt 6, jeċċedi l-kriterju fl-Artikolu 2 (2) tad-Direttiva tal-Kunsill 78/142/KEE tat-30 ta' Jannar 1978, il-valuri akkwistati f'kull wahda miż-żewġ determinazzjonijiet (5.4) għandhom jiġu kkonfermati f'wahda minn tliet metodi:

(i) billi tintuża għall-inqas kolonna oħra (4.3) li għandha fażi stazzjonarja ta' polarità differenti. Din il-proċedura għandha tkompli sakemm jiġi akkwistat kromatogramm mingħajr evidenza li l-VC u/jew l-qċaċet *standard* interni jidhru fuq il-kostitwenti tal-kampjun ta' l-oġġett ta' l-ikel,

(ii) billi jintużaw rivelaturi oħrajn eż. ir-rivelatur ta' konduttività mikro-elettrolitika (¹),

(iii) billi tintuża spettrometrija tal-massa; f' dan il-każ, jekk l-ions molekulari b' *parent masses* (m/e) ta' 62 u 64 jinstabu f'proporzjoni ta' 3: 1 jista' jitqies b'probabbiltà għolja bħala li jikkonferma l-preżenza tal-VC. F' każ ta' dubju l-ispettru tal-massa totali għandu jiġi verifikat.

(¹) Ara Ġurnal tax-Xjenza Kromatografika (Volum 12) Marzu 1974, paġna 152

8. REPETIBILITÀ

Id-differenza bejn ir-rizultati ta' żewġ determinazzjonijiet (5.4) imwettqa fl-istess hin jew malajr wara xulxin fuq l-istess kampjun, mill-istess analista, taht l-istess kondizzjonijiet, m'għandux jeċċedi 0,003 mg VC/kg ta' l-oġġett ta' l-ikel.
