31980L0766

L 213/42 *IL-ĠURNAL UFFIĊJALI TAL-KOMUNITAJIET EWROPEJ* 16.8.1980

ID-DIRETTIVA TAL-KUMMISSJONI

tat-8 ta' Lulju 1980

li tistabbilixxi l-metodi ta' analiżi tal-Komunità għal kontroll uffiċjali tal-livell tal-*monomer* tal-klorur tal-vinil fil-materjali u l-oġġetti maħsubin biex jiġu f'kuntatt ma' oġġetti ta' l-ikel

(80/766/KEE)

IL-KUMMISSJONI TAL-KOMUNITAJIET EWROPEJ,

Wara li kkunsidrat it-Trattat li jistabbilixxi il-Komunità Ewropea,

Wara li kkunsidrat id-Direttiva tal-Kunsill 78/142/KEE tat-30 ta' Jannar 1978 dwar l-approssimazzjoni tal-liġijiet ta' l-Istati Membri li għandhom x'jaqsmu ma' materjali u oġġetti li fihom il-*monomer* tal-klorur tal-vinil u li huma maħsuba biex jiġu f'kuntatt ma' oġġetti ta' l-ikel [1], u b'mod partikolari l-Artikolu 3 tagħha,

Billi l-Artikolu 2 tad-Direttiva 78/142/KEE jistabbilixxi li materjali u oġġetti bħal dawn ma għandux ikollhom *monomer* tal-klorur tal-vinil fi kwantità ta' aktar minn milligram għal kull kilogramm fil-prodott finali u l-Artikolu 3 li dan il-limitu għandu jiġi kkontrollat minn metodu ta' analiżi tal-Komunità;

Billi, fuq il-bażi ta' serje ta' provi kollaborattivi ta' bejn diversi laboratorji, il-metodu deskritt fl-Anness wera li huwa preċiż biżżejjed u li jista' jiġi riprodott sabiex jiġi adottat bħala metodu tal-Komunità;

Billi il-miżuri preskritti f'din id-Direttiva huma skond l-opinjoni tal-Kumitat Permanenti dwar l-Oġġetti ta' l-Ikel,

ADOTTAT DIN ID-DIRETTIVA:

Artikolu 1

L-Istati Membri għandhom jirrikjedu li l-analiżi meħtieġa għall-kontroll uffiċjali tal-livell tal-*monomer* tal-klorur tal-vinil fil-materjali u oġġetti maħsubin biex jiġu f'kuntatt ma' l-ikel, imsemmija fl-Anness bħala 'materjali u oġġetti', għandhom isiru skond il-metodu deskritt fl-Anness.

Artikolu 2

L-Istati Membri għandhom idaħħlu fis-seħħ il-liġijiet, r-regolamenti u d-disposizzjonijiet amministrattivi meħtieġa biex jikkonformaw ma' din id-Direttiva mhux aktar tard minn 18-il xahar min-notifika tagħha. Għandhom jinfurmaw lill-Kummissjoni minnufih b'dan.

Artikolu 3

Din id-Direttiva hija ndirizzata lill-Istati Membri.

Magħmula fi Brussel, fit-8 ta' Lulju 1980.

Għall-Kummissjoni

Etienne DAVIGNON

Membru tal-Kummissjoni

[1] ĠU L 44, tal-15.2.1978, p.15.

ANNESS

DETERMINAZZJONI TAL-LIVELL TA' *MONOMER* TAL-KLORUR TAL-VINIL F'MATERJALI U OĠĠETTI

1. KAMP U QASAM TA' APPLIKAZZJONI

Il-metodu jiddetermina l-livell ta' *monomer* tal-klorur tal-vinil f'materjali u f'oġġetti.

2. PRINĊIPJU

Il-livell ta' *monomer* tal-klorur tal-vinil (VC) f'materjali u f'oġġetti huwa determinat permezz ta' *gas-chromatography* bl-użu tal-metodu '*headspace*' wara d-dissoluzzjoni jew sospensjoni tal-kampjun fil-N, N-dimethylacemide

3. REAĠENTI

3.1. Klorur tal-vinil (VC) ta' purità ikbar minn 99·5 % (v/v).

3.2. N, N-dimethylacetamide (DMA), ħieles minn kull impurità bl-istess ħin ta' retenzjoni bħal tal-VC jew bħall-i*standard* intern (3.3) fil-kondizzjonijiet tat-test.

3.3. Diethyl ether jew cis-2-buterie fid-DMA (3.2) bħala s-soluzzjoni ta' *standard* intern. Dawn is-soluzzjonijiet ta' *standard* intern ma għandu jkollhom l-ebda impurità bl-istess ħin ta' retenzjoni bħal tal-VC, fil-kondizzjonijiet tat-test.

4. APPARAT

N.B.

Strument jew biċċa apparat huwa msemmi biss jekk huwa speċjali jew jekk huwa magħmul għal speċifikazzjonijiet partikolari. Wieħed jassumi li l-apparat li s-soltu jinsab fil-laboratorji jkun disponibbli.

4.1. *Gas-chromatograph* mgħammar b'*head-space sampler* awtomatiku jew b'faċilitajiet għal injezzjoni manwali tal-kampjun.

4.2. *Detector* ta' jonizzazzjoni tal-fjamma jew *detectors* oħra msemmija fil-punt 7.

4.3. Gas-chromatographic column.

Il-kolonna għandha tippermetti is-separazzjoni tal-qċaċet ta' l-arja, tal-VC u ta' *standard* intern, jekk użat.

Barra minn hekk, is-sistema kombinata ta' 4.2 u 4.3 għandha tippermetti li s-sinjal miksub b'soluzzjoni li fiha 0.02mg VC/litru DMA jew 0.02 mg VC/kg DMA jkun ugwali għal mill-inqas ħames darbiet il-ħoss ta' l-isfond.

4.4. Kampjuni ta' kunjetti jew fliexken iffittjati bis-silikon jew bil-*butyl rubber septa*.

Meta tintuża t-teknika manwali tal-kampjuni it-teħid tal-kampjun mill-*headspace* b'siringa jista' jikkawża vakum parzjali fil-kunjett jew fil-flixkun. Għalhekk, għal teknika manwali fejn il-kunjetti ma jkunx imqiegħda taħt pressjoni qabel ma jingħażel il-kampjun, l-użu ta' kunjetti kbar huwa irrakkomandat.

4.5. Mikro-siringi.

4.6. Siringi li ma jgħaddix gass minnhom (*gas-tight*) għal *headspace sampling* manwali.

4.7. Bilanċ analitiku eżatt sa 0.1 mg.

5. PROĊEDURA

ATTENZJONI: VC hija sustanza perikoluża u gass f'temperatura ambjentali, għalhekk il-preparazzjoni tas-soluzzjonijiet għandu jiġi magħmul f'*fume cupboard* ivventilat tajjeb.

N.B.

— Ħu l-prekawzjonijiet kollha meħtieġa biex tara li l-ebda VC jew DMA ma jintilef;

— Meta tuża t-tekniki manwali ta' teħid ta' kampjuni, għandu jiġi wżat *standard* intern (3.3);

— Meta tuża *standard* intern, għandha tiġi wżata l-istess soluzzjoni matul il-proċedura kollha.

5.1. **Preparazzjoni ta' soluzzjoni *standard* konċentrata ta' VC f'madwar 2 000 mg/kg**

Iżen bi preċiżjoni sa l-eqreb 0.1 mg reċipjent tal-ħġieġ adatt u qiegħed ġewwa fih kwantità (eż. 50 ml) ta' DMA (3.2). Erġa' iżen. Mad-DMA żid kwantità (eż. 0.1 g) ta' VC (3.1) f'forma likwida jew gass, billi tinjettaha bil-mod fuq id-DMA. Il-VC jista' jiżdied ukoll f'forma ta' bżieżaq mad-DMA, jekk l-apparat li jiġi wżat ma jitlef l-ebda DMA. Erġa' iżen sa l-eqreb 0.1 mg. Stenna sagħtejn biex tagħti ċ-ċans li jintlaħaq l-ekwilibriju. Żomm is-soluzzjoni *standard* fi rifrigitatur.

5.2. **Preparazzjoni ta' soluzzjoni *standard* dilwita ta' VC**

Ħu ammont miżun ta' soluzzjoni *standard* konċentrata ta' VC (5.1) u ddilwixxi, għal volum jew piż magħruf, b'DMA (3.2) jew ma' soluzzjoni *standard* interna (3.3). Il-konċentrazzjoni tas-soluzzjoni *standard* miżjuda bl-ilma li tirriżulta hija mfissra bħala mg/l jew mg/kg rispettivament.

5.3. **Preparazzjoni tal-kurva ta' kalibrar**

N. B. — il-kurva għandu jkollha mill-inqas seba' pari ta' punti,

— ir-repetibilità tar-riżultati ([1]) għandha tkun inqas minn 0.02 mg VC/l jew kg ta' DMA,

— il-kurva għandha tiġi kkalkulata minn dawn il-punti bit-teknika ta' *least squares*, i.e. il-linja tar-rigressjoni għandha tiġi kkalkulata skond l-ekwazzjoni li ġejja

$$y = a_1 x + a_0$$

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

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

Fejn:

y = l-għoli jew iż-żona tal-qċaċet f'kalkolu waħdieni

x = il-konċentrazzjoni li tikkorrispondi fuq il-linja ta' regressjoni

n = numru ta' kalkoli magħmula ($n \geq 14$),

— il-kurva għandha tkun lineari, i.e. id-devjazzjoni *standard* (s) tad-differenzi bejn ir-riżultati mkejla (y_i) u l-valur li jikkorrispondi għar-riżultat ikkalkolat mil-linja ta' regressjoni (z_i) diviż bil-valur medju ($\bar{y}$;) għar-riżultati kollha ma għandux jaqbeż 0-07:

Dan għandu jiġi kkalkulat minn: $\frac{s}{\bar{y}} \leq 0.07$

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

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

y_1 = kull riżultat individwali mkejjel

z_i = il-valur korrispondenti għar-riżultat (y_i) ikkalkulat fuq il-linja ta' regressjoni,

$n \geq 14$.

([1]) Ara r-rakkomandazzjoni ISO DIS 5725; 1977.

Ħejji żewġ serje ta' mill-inqas seba' kunjetti (4.4). Żid ma' kull kunjett, volumi ta' soluzzjoni *standard* dilwit ta' VC (5.2) u DMA (3.2) jew soluzzjoni ta' *standard* intern fid-DMA (3.3) biex il-konċentrazzjoni finali ta' VC tas-soluzzjonijiet doppji tkun bejn wieħed u ieħor ugwali għal 0; 0,050; 0,075; 0,100; 0,125; 0,150; 0,200, eċċ. mg/l jew mg/kg ta' DMA u l-kunjetti kollha jkollhom l-istess kwantità ta' DMA li għandha tintuża fil-punt 5.5. Issiġilla l-kunjetti u kompli l-proċedura kif deskritt f'punt 5.6. Oħloq *graph* li fiha, il-valuri ordinati juru l-area (jew l-għoli) tal-qċaċet tal-VC tas-soluzzjonijiet doppji jew il-proporzjon ta' dawn l-arei (jew għoli) għal ma' l-ogħla valur ta' l-i*standard* intern, u l-valuri axxiżi juru l-konċentrazzjonijet ta' VC tas-soluzzjonijiet doppji.

5.4. **Konvalidazzjoni ta' preparazzjonijiet ta' soluzzjonijiet *standard* miksuba fil-punti 5.1 u 5.2.**

Irrepeti l-proċedura deskritta fil-punti 5.1 u 5.2 biex tikseb it-tieni soluzzjoni *standard* dilwita b'konċentrazzjoni ugwali għal 0,1 mg VC/l jew 0,1 mg/kg ta' DMA jew soluzzjoni *standard* interna. Il-medja ta' żewġ kalkoli *gas-chromatographic* ta' din is-soluzzjoni ma għandhiex tkunu differenti b'iktar minn 5 % mill-punt korrispendenti tal-kurva kalibrata. Jekk id-differenza tkun ikbar minn 5 %, irriffjuta kull soluzzjoni miksuba fil-punti 5.1, 5.2, 5.3 u 5.4 u irrepeti l-proċedura mill-bidu.

5.5. **Preparazzjoni tal-kampjuni ta' materjali u ta' oġġetti**

Ipprepara żewġ kunjetti (4.4). F'kull kunjett iżen mhux inqas minn 200 mg, għall-eqreb 0,1 mg, tal-kampjun miksub minn materjal jew oġġett wieħed taħt investigazzjoni li ġie mnaqqas għal biċċiet żgħar. Ara li tintiżen l-istess kwantità f'kull kunjett. Agħlaq il-kunjett immedjatament. Żid ma' kull kunjett 10 ml jew 10 g ta' DMA għal kull gramma tal-kampjun (3.2) jew 10 ml jew 10 g ta' soluzzjoni *standard* interna (3.3). Issiġilla l-kunjetti u kompli kif deskritt f'punt 5.6.

5.6. **Kalkolazzjonijiet *gas-chromatographic*.**

5.6.1. Ħawwad il-kunjetti u evita l-kuntatt bejn il-likwidu ta' ġewwa fihom u s-*septum* (4.4) biex tikseb l-iktar soluzzjoni jew sospensjoni omoġenja possibli tal-kampjuni tal-materjal jew ta' l-oġġett (5.5).

5.6.2. Poġġi l-kunjetti ssiġillati (5.3, 5.4 u 5.5) f'banju bl-ilma għal sagħtejn f'60 ° ± 1 °C biex tħalli li jintlaħaq ekwilbriju. Erġa' ħawwad, jekk meħtieġ.

5.6.3. Ħu kampjun mill-'*headspace*' fil-kunjett. Meta tuża t-teknika manwali ta' teħid ta' kampjuni, għanda ssir attenzjoni biex tikseb kampjun li jkun riproduċibbli (ara punt 4.4), b'mod partikolari s-siringa għandha tkun imsaħħna minn qabel għat-temperatura tal-kampjun. Kejjel l-area (jew l-għoli) tal-qċaċet relatati mal-VC u ma' l-i*standard* intern jekk użat.

5.6.4. Neħħi mill-kolonna (4.3), billi tuża metodu adatt, d-DMA żejjed hekk kif jidhru l-qċaċet tad-DMA fuq il-*chromatogram*.

6. KALKOLU TAR-RIŻULTATI

6.1. Sib b'interpolazzjoni fil-kurva, l-konċentrazzjoni mhux magħrufa taż-żewġ soluzzjonijiet tal-kampjun billi tikkonsidra is-soluzzjoni *standard* interna jekk użata. Ikkalkula l-ammont ta' VC f'kull wieħed miż-żewġ kampjuni ta' materjal jew oġġett taħt investigazzjoni billi tapplika il-formula li ġejja:

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

fejn:

X = il-konċentrazzjoni tal-VC fil-kampjun tal-materjal jew ta' l-oġġett imfissra f'mg/kg.

C = il-konċentrazzjoni ta' VC fil-kunjett li fih il-kampjun tal-materjal jew ta' l-oġġett (ara taħt punt 5.5) imfissra f'mg/l jew mg/kg.

V = il-volum jew massa ta' DMA fil-kunjett li fih il-kampjun ta' materjal jew oġġett (ara taħt punt 5.5) imfisser f'litri jew kg.

M = l-ammont tal-kampjun tal-materjal jew oġġett, imfisser fi grammi.

6.2. Il-konċentrazzjoni ta' VC fil-materjal u oġġett taħt investigazzjoni imfissra f'mg/kg għandha tkun il-medja taż-żewġ konċentrazzjonijiet ta' VC (mg/kg) stabbiliti f'punt 6.1 sakemm il-kriterju ta' ripetizzjoni f'punt 8 jiġi sodisfatt.

7. KONFERMA TAL-LIVELL TA' VC

F'każi fejn il-kontenut ta' VC f'materjali jew oġġetti kif ikkalkolat fil-punt 6.2 jaqbeż l-ammont massimu permissibbli, ir-riżultati miksuba mill-analiżi ta' kull wieħed miż-żewġ kampjuni (5.6 u 6.1) għandhom jiġu konfermati f'waħda minn tliet metodi:

— billi tintuża mill-inqas kolonna waħda oħra (4.3) li jkollha fażi stazzjonarja b'polarità differenti. Din il-proċedura għandha tkompli sakemm jinkiseb *chromatogram* bl-ebda evidenza ta' sovrapposizjoni tal-VC u/jew qċaċet ta' l-i*standard* intern mal-kostitwenti tal-kampjun tal-materjal jew oġġett,

— bl-użu ta' detectors oħra, eż. l- micro-electrolytic conductivity detector [1],

— bl-użu ta' *mass-spectrometry*. F'dan il-każ, jekk jonijiet molekolari ma' *'parent masses'* (m/e) ta' 62 u 64 jinstabu fil-proporzjon ta' 3:1. tista' tiġi meqjusa bi probabbilità kbira bħala li tikkonferma l-preżenza tal-VC, F'każ ta' dubju, l-ispettru tal-massa totali għandu jiġi kkontrollat.

8. RIPETIBILITÀ

Id-differenza bejn ir-riżultati ta' żewġ kalkoli (6.1) magħmula fl-istess ħin jew eżattament waħda wara l-oħra fuq l-istess kampjun, mill-istess analista, taħt l-istess kondizzjonijiet, m'għandhiex taqbeż 0,2 mg VC/kg tal-materjal jew ta' l-oġġett.

[1] Ara l-Ġurnal tax-Xjenza Kromatografika, Vol. 12, Marzu 1974, p.152.