

32004L0016

13.2.2004

EUROOPA LIIDU TEATAJA

L 42/16

KOMISJONI DIREKTIIV 2004/16/EÜ,
12. veebruar 2004,
millega kehtestatakse proovivõtu- ja analüüsimeetodid tinasalduse ametlikuks kontrollimiseks
toidukonservides
(EMPs kohaldatav tekst)

EUROOPA ÜHENDUSTE KOMISJON,

kaitse ja võrdlemise eesmärgil tehtud analüüside korral kohaldatakse riigisiseseid eeskirju.

võttes arvesse Euroopa Ühenduse asutamislepingut,

võttes arvesse nõukogu 20. detsembri 1985. aasta direktiivi 85/591/EMÜ, milles käsitletakse proovivõtu- ja analüüsimeetodite kehtestamist inimtarbimiseks mõeldud toiduainete kontrollimiseks⁽¹⁾ (viimati muudetud Euroopa Parlamendi ja nõukogu määrusega (EÜ) nr 1882/2003),⁽²⁾ eriti selle artiklit 1

- (4) Proovivõttu ja analüüsimeetodeid käsitlevad sätted on koostatud praeguste teadmiste alusel ning neid võib kohandada teaduse ja tehnika edusammude arvessevõtmiseks. Üldtina määramismeetodid sobivad ka anorgaaniliste ühenditena esineva tina sisalduse kontrollimiseks. Tina anorgaanilistele esinemisvormidele kehtestatud piirsaldustega võrreldes peetakse võimalike tina orgaaniliste esinemisvormide esinemist tähtsusetuks.

ning arvestades järgmist:

- (5) Käesoleva direktiiviga ettenähtud meetmed on kooskõlas toiduahela ja loomatervishoiu alalise komitee arvamusega,

- (1) Komisjoni määruses (EÜ) nr 466/2001, millega sätestatakse teatavate saasteainete piirnormid toiduainetes,⁽³⁾ viimati muudetud määrusega (EÜ) nr 242/2004,⁽⁴⁾ on kindlaks määratud anorgaaniliste ühenditena esineva tina piirnormid toidukonservides ja on antud viited õigusaktidele, milles on kehtestatud kasutatavad proovivõtu- ja analüüsimeetodid.

ON VASTU VÕTNUD KÄESOLEVA DIREKTIIVI:

Artikkel 1

- (2) Nõukogu 29. oktoobri 1993. aasta direktiivis 93/99/EMÜ toiduainete ametlikku kontrolli käsitlevate lisameetmete kohta,⁽⁵⁾ muudetud määrusega (EÜ) nr 1882/2003, on kehtestatud nende laboratooriumide kvaliteedistandardite süsteem, kellele liikmesriigid on usaldanud toiduainete ametliku kontrollimise.

Liikmesriigid võtavad kõik vajalikud meetmed selle tagamiseks, et toiduainete tinasalduse ametlikuks kontrollimiseks võetaks proove vastavalt käesoleva direktiivi I lisas kirjeldatud meetoditele.

Artikkel 2

- (3) Oleks vaja kehtestada üldkriteeriumid, millele analüüsimeetodid peavad vastama selle tagamiseks, et kontrolli eest vastutavad laboratooriumid kasutaksid võrreldavate karakteristikutega analüüsimeetodeid. Selleks et tagada eeskirjade täitmisel ühtne lähenemisviis kogu Euroopa Liidus, on samuti väga oluline, et analüüsitulemused esitataks ja neid tõlgendataks ühtses vormis. Selliseid tõlgenduseeskirju tuleb rakendada ametlikuks kontrollimiseks mõeldud proovidega saadud analüüsitulemuste korral. Kaubanduse

Liikmesriigid võtavad kõik vajalikud meetmed, et tagada toiduainete tinasalduse ametlikuks kontrollimiseks valmistatavate proovide ja kasutatavate analüüsimeetodite vastavus käesoleva direktiivi II lisas kirjeldatud kriteeriumidele.

Artikkel 3

Liikmesriigid jõustavad käesoleva direktiivi täitmiseks vajalikud õigusnormid 31. detsembriks 2004. Liikmesriigid edastavad nende õigusnormide tekstid ning nende õigusnormide ja käesoleva direktiivi vastavustabeli viivitamata komisjonile.

Kui liikmesriigid võtavad kõnesolevad õigusnormid vastu, lisavad nad nendes või nende ametliku avaldamise korral nende juurde viite käesolevale direktiivile. Sellise viitamise viisi näevad ette liikmesriigid.

⁽¹⁾ EÜT L 372, 31.12.1985, lk 50.

⁽²⁾ ELT L 284, 31.10.2003, lk 1.

⁽³⁾ EÜT L 77, 16.3.2001, lk 1.

⁽⁴⁾ ELT L 42, 13.2.2004, lk 3.

⁽⁵⁾ EÜT L 290, 24.11.1993, lk 14.

Artikkel 4

Käesolev direktiiv on adresseeritud liikmesriikidele.

Käesolev direktiiv jõustub 20. päeval pärast selle avaldamist
Euroopa Liidu Teatajas.

Brüssel, 12. veebruar 2004

Komisjoni nimel
komisjoni liige
David BYRNE

I LISA

**PROOVIVÕTUMEETODID TINASISALDUSE AMETLIKUKS KONTROLLIMISEKS
TOIDUKONSERVIDES****1. Eesmärk ja rakendusala**

Toidukonservide tinasisalduse ametlikuks kontrollimiseks mõeldud proovid võetakse allpool kirjeldatud meetodite kohaselt. Selliselt saadud koondproove peetakse asjakohaste partiide suhtes representatiivseteks. Vastavus komisjoni määrusega (EÜ) nr 466/2001 kehtestatud piirnormidele tehakse kindlaks laboriproovides määratud sisalduste alusel.

2. Mõisted

Partii: samal ajal tarnitud identifitseeritav toidukaubakogus, mille puhul ametnik on kindlaks teinud sellised ühised tunnused nagu päritolu, liik, pakkimisviis, pakkija, saatja ja märgistused.

Osapartii: teatav partii osa, mille puhul kohaldatakse asjakohast proovivõtumeetodit. Iga osapartii peab olema füüsiliselt eraldatud ja identifitseeritav.

Osaproov: partii või osapartii ühest kohast võetud materjalikogus.

Koondproov: kõikide partiist või osapartiist võetud osaproovide ühendatud kogus.

Laboriproov: laboratooriumis kasutamiseks mõeldud proov.

3. Üldsätted**3.1. Personal**

Proove võtab liikmesriikide poolt volitatud isik.

3.2. Materjal, millest proovid võetakse

Igast uuritavast partiist võetakse eraldi proov.

3.3. Ettevaatusabinõud

Proovide võtmisel ja valmistamisel kasutatakse ettevaatusabinõusid, et vältida muutusi, mis võivad mõjutada tinasisaldust, segada analüüsi või muuta koondproovi mitterepresentatiivseks.

3.4. Osaproovid

Võimaluse korral tuleb osaproovid võtta kohtadest, mis on jaotunud üle kogu partii või üle kogu osapartii. Kõrvalekaldumised sellest korrast märgitakse protokollis.

3.5. Koondproovi valmistamine

Koondproov saadakse kõikide osaproovide ühendamise abil. Koondproov homogeniseeritakse laboratooriumis.

3.6. Paralleelsed laboriproovid

Tingimusel, et see on kooskõlas liikmesriikide proovivõtueeskirjadega, võetakse homogeniseeritud koondproovist eeskirjade täitmise tagamiseks, kaubanduse kaitseks ja võrdlemiseks vajalikud paralleelsed laboriproovid.

3.7. Proovide pakendamine ja vedu

Iga proov asetatakse puhtasse inertsest materjalist nõusse, mis kaitseb piisavalt saastumise ja veo ajal tekkida võivate vigastuste eest. Muutuste vältimiseks proovi koostises veo või ladustamise ajal võetakse kõik vajalikud ettevaatusabinõud.

3.8. Proovide pitseerimine ja märgistamine

Iga ametlikuks kasutamiseks võetud proov pitseeritakse proovivõtukoahas ja märgistatakse liikmesriigi õigusnormide kohaselt.

Iga proovivõtt registreeritakse, mis võimaldab iga partii üheselt identifitseerida ning saada teavet proovivõtu aja ning koha kohta ja muud lisateavet, mis võib analüüsijale abiks olla.

4. Proovivõtukava

Kasutatav proovivõtumeetod peab tagama, et koondproov oleks kontrollitava partii suhtes representatiivne.

4.1. Osaproovide arv

Partiisse kuuluvatest konservikarpidest võetavate osaproovide minimaalne arv on esitatud tabelis 1. Koondproovi moodustavad osaproovid peavad olema ühesuguse kaaluga (vt punkt 3.5).

Tabel 1

Koondproovi moodustamiseks võetavate konservikarpide (osaproovide) arv

Konservikarpide arv partiis või osapartiis	Kontrollitavate konservikarpide arv
1–25	Vähemalt 1 konservikarp
26–100	Vähemalt 2 konservikarpi
> 100	5 konservikarpi

Tuleb märkida, et piirnorme kohaldatakse iga konservikarbi suhtes eraldi, kuid katsetamise hõlbustamiseks on vaja siiski kasutada koondproovi menetlust. Kui koondprooviga saadud katsetulemus on piirnormist väiksem, kuid siiski piirnormile lähedane ja võib oletada, et üksikute konservikarpidega saadud tulemused võivad ületada piirnormi, tuleb teha lisauuringuid.

4.2. Proovide võtmine jaemüügi etapil

Võimaluse korral tuleb jaemüügi etapil toiduainetest proove võtta eespool ettenähtud proovivõttu käsitlevate sätete kohaselt. Juhul kui see ei ole võimalik, võib kasutada muid kehtivaid proovivõtumenetlusi tingimusel, et need tagavad piisava representatiivsuse uuritava partii suhtes.

5. Partii või osapartii vastavus spetsifikaadile

Kontroll-laboratoorium teeb eeskirjade täitmise tagamiseks laboriprooviga vähemalt kaks sõltumatut analüüsi ja arvutab keskmise tulemuse.

Partii võetakse vastu, kui keskmine tulemus ei ületa vastavat määruses (EÜ) nr 466/2001 ettenähtud piirnormi, kusjuures arvestatakse mõõtmisviga ja saagiseparandit.

Partii ei vasta määruses (EÜ) nr 466/2001 ettenähtud piirnormile, kui ei saa põhjendatult kahtluse alla seada, et keskmine tulemus ületab piirnormi, kusjuures arvestatakse mõõtmisviga ja saagiseparandit.

II LISA

**PROOVIDE ETTEVALMISTAMINE JA KASUTATAVATE ANALÜÜSIMEETODITE KRITEERIUMID
TINASISALDUSE AMETLIKUKS KONTROLLIMISEKS TOIDUKONSERVIDES**

1. Ettevaatusabinõud ja üldised kaalutlused tina korral

Põhinõue on saada representatiivne ja homogeenne laboriproov, vältides sekundaarset saastamist.

Analüüsija peab tagama, et proovid ettevalmistamisel ei saastuks. Võimaluse korral peavad prooviga kokkupuutuvad seadmed olema inertsest materjalist, nt plastist nagu polüpropüleen, polütetrafluoroetüleen, kusjuures saastumisohu vähendamiseks tuleb neid pesta happega. Lõiketerad võivad olla kvaliteetsest roostevabast terasest.

Katsematerjal valmistatakse kogu laboratooriumisse saabunud materjalist. Reprodutseeritavad tulemused saadakse üksnes väga peeneks homogeniseeritud prooviga.

Võib kasutada mitmeid nõuetele vastavaid proovivalmistuse erimeetodeid. Nõuetele vastavaks peetakse CEN standardis "Mikroelementide määramine – sobivuskriteeriumid ja üldised kaalutlused" esitatud proovivalmistusmeetodeid, kuid ka muud meetodid võivad nõuetele vastata.

2. Laboratooriumisse saabunud proovi töötlemine

Kogu koondproov peenestatakse (vajaduse korral) ja segatakse hoolikalt, kasutades meetodit, mille kohta on näidatud, et see tagab täieliku homogeniseerimise.

3. Proovi jagamine eeskirjade täitmise tagamise ja kaubanduse kaitse eesmärgil.

Tingimusel, et see on kooskõlas liikmesriikide proovivõtueeskirjadega, võetakse homogeniseeritud materjalist eeskirjade täitmise tagamiseks, kaubanduse kaitseks ja võrdlemiseks paralleelproovid.

4. Laboratooriumi poolt kasutatav analüüsimeetod ja laboratooriumi kontrollimise nõuded

4.1. Mõisted

Järgnevalt esitatakse rida üldkasutatavaid mõisteid, mida laboratoorium peab kasutama.

r = korratavus – väärtus, millest korratavuse tingimustes (sama proov, sama analüüsija, samad seadmed, sama laboratoorium ja lühike ajavahemik) tehtud kahe üksikkatse tulemuste absoluutne erinevus on teatava tõenäosusega (harilikult 95 %) väiksem, seega $r = 2,8 \times s_r$.

s_r = korratavuse tingimustes saadud tulemuste põhjal arvutatud standardhälve.

RSD_r = korratavuse tingimustes saadud tulemuste põhjal arvutatud suhteline standardhälve $[(s_r/\bar{X}) \times 100]$, kus \bar{X} on kõigi laboratooriumide ja proovide keskmine.

R = reprodutseeritavus – väärtus, millest reprodutseeritavuse tingimustes (sama katsematerjal, eri laborid, eri analüüsijad, standardmeetod) tehtud üksikkatsete tulemuste absoluutne erinevus on teatava tõenäosusega (harilikult 95 %) väiksem; $R = 2,8 \times s_R$.

s_R = reprodutseeritavuse tingimustes saadud tulemuste põhjal arvutatud standardhälve.

RSD_R = reprodutseeritavuse tingimustes saadud tulemuste põhjal arvutatud suhteline standardhälve $[(s_R/\bar{X}) \times 100]$.

$HORRAT_r$ = suhe, mis saadakse eksperimentaalselt määratud RSD_r jagamisel Horwitzi võrrandi abil leitud RSD_r väärtusega, eeldades, et $r = 0,66R$.

$HORRAT_R$ = suhe, mis saadakse eksperimentaalselt määratud RSD_R jagamisel Horwitzi võrrandi (2) abil leitud RSD_R väärtusega.

U = laiendatud määramatus, mille puhul on kasutatud kattetegurit 2, mis vastab usaldusnivoole 95 %.

4.2. Üldnõuded

Toiduainete kontrollimiseks kasutatavad analüüsimeetodid peavad vastama nõukogu 20. detsembri 1985. aasta direktiivi 85/591/EMÜ lisa punktide 1 ja 2 sätetele inimtarbimiseks mõeldud toiduainete kontrollimiseks vajalike ühenduse proovivõtu- ja analüüsimeetodite kehtestamise kohta.

4.3. Erinõuded

Kui toiduainete tinasalduse määramiseks ei ole ühenduse tasandil ette nähtud erimeetodeid, võivad laboratooriumid valida mis tahes valideeritud meetodi, tingimusel et see meetod vastab tabelis 2 ettenähtud sobivuskriteeriumidele. Ideaaljuhul tuleks valideerimisel kasutada sertifitseeritud etalonmaterjali.

Tabel 2

Analüüsimeetodite sobivuskriteeriumid tina määramiseks

Parameeter	Sobivuskriteeriumi selgitus
Rakendatavus	Määruses (EÜ) nr 242/2004 kindlaksmääratud toiduained
Avastamispää	Kuni 5 mg/kg
Kvantifitseerimispää	Kuni 10 mg/kg
Täpsus	Ühistes valideerimiskatsetes leitud $HORRAT_r$ ja $HORRAT_R$ väärtused peavad olema alla 1,5
Saagis	80–105 % (ühiskatsetes)
Spetsiifilisus	Maatriks või spektraalne interferents ei tohi määramist segada

4.3.1. Sobivuskriteeriumid – määramatusfunktsiooni kasutamine

Laboratooriumi poolt kasutatava meetodi sobivuse hindamiseks võib kasutada ka määramatusfunktsiooni. Laboratoorium võib kasutada meetodit, mille puhul tulemuste määramatus ei ületa maksimaalset standardväärtust. Maksimaalne standardmääramatus arvutatakse järgmise valemi abil:

$$U_f = \sqrt{(LOD/2)^2 + (0,1C)^2},$$

kus

U_f on maksimaalne standardmääramatus,

LOD on meetodi avastamispää ja

C on määratav kontsentratsioon.

Kui teatava analüüsimeetodi abil saadud tulemuste määramatus on väiksem maksimaalsest standardmääramatusest, on see meetod rakendatav samaväärselt tabelis 2 esitatud sobivuskriteeriumidele vastava meetodiga.

4.4. Saagise arvutamine ja tulemuste esitamine

Esitatakse saagiseparandiga või saagiseparandita analüüsitulemused. Märgitakse analüüsitulemuste esitusviisi ja saagis. Vastavuskontrolli puhul kasutatakse saagiseparandiga analüüsitulemusi (vt I lisa, punkt 5).

Analüüsijal tuleb arvestada IUPAC/ISO/AOAC egiidi all välja töötatud "Ühtlustatud juhiseid saagist käsitlevate andmete kasutamise kohta analüütilistel mõõtmistel"(3). Need juhised on abiks saagisetegurite määramisel.

Analüüsitulemus esitatakse kujul $x \pm U$, kus x on analüüsitulemus ja U mõõtmisviga.

4.5. Laboratooriumi kvaliteedistandardid

Laboratooriumid peavad täitma nõukogu 29. oktoobri 1993. aasta direktiivi 93/99/EMÜ toiduainete ametlikku kontrolli käsitlevate lisameetmete kohta.

4.6. Muud analüüsiga seotud tingimused

Pädevuskatsed

Osavõtt asjakohastest pädevuskatsekavadest, mis vastavad IUPAC/ISO/AOAC egiidi all välja töötatud "Rahvusvahelisele ühtlustatud protokollile (keemilise) analüüsi laboratooriumide pädevuskatsekavade kohta"(4).

Metallide määramist toiduainetes käsitlevate üldiste kavade asemel on soovitatav osa võtta teatavatest kavadest, mis eraldi hõlmavad tina määramist toiduainetes.

Kvaliteedi sisekontroll

Laboratooriumid peavad suutma tõendada, et nad rakendavad kvaliteedi sisekontrolli protseduuri. Sellekohased näited on esitatud "ISO/AOAC/IUPACi juhistes kvaliteedi sisekontrolli kohta analüütilise keemia laboratooriumides"(5).

Proovi ettevalmistamine

Tuleb jälgida, et oleks tagatud kogu proovis sisalduva tina viimine analüüsitavasse lahusesse. Peetakse eeskätt silmas, et proovi lahustamisel ei tohi sadestuda Sn(IV) hüdrolüüsunud esinemisvormid, nagu tina(IV)oksiid (SnO₂), Sn(OH)₄ ja SnO₂·H₂O.

Valmis proove hoitakse 5 mol/l HCl lahuses. SnCl₄ on siiski kergesti lenduv, sellepärast ei tohi neid lahuseid keeta.

VIITED

1. BS EN 13804:2002: Foodstuffs - Determination of trace elements - Performance criteria, general considerations and sample preparation, CEN, Rue de Stassart 36, B-1050 Brussels.
2. W. Horwitz, "Evaluation of Analytical Methods for Regulation of Foods and Drugs", Anal. Chem., 1982, 54, 67 A-76 A.
3. ISO/AOAC/IUPAC Harmonised Guidelines for the Use of Recovery Information in Analytical Measurement. Edited Michael Thompson, Steven L R Ellison, Ales Fajgelj, Paul Willetts and Roger Wood, Pure Appl. Chem., 1999, 71, 337-348.
4. ISO/AOAC/IUPAC International Harmonised Protocol for Proficiency Testing of (Chemical) Analytical Laboratories, Edited by M Thompson and R Wood, Pure Appl. Chem., 1993, 65, 2123-2144 (avaldatud ka J. AOAC International, 1993, 76, 926).
5. ISO/AOAC/IUPAC International Harmonised Guidelines for Internal Quality Control in Analytical Chemistry Laboratories, Edited by M Thompson and R Wood, Pure Appl. Chem., 1995, 67, 649-666.