

32004L0016

2004.2.13.

AZ EURÓPAI UNIÓ HIVATALOS LAPJA

L 42/16

A BIZOTTSÁG 2004/16/EK IRÁNYELVE**(2004. február 12.)****az élelmiszerkonzervek óntartalmának hatósági ellenőrzésére szolgáló mintavételi és vizsgálati módszerek megállapításáról****(EGT vonatkozású szöveg)**

AZ EURÓPAI KÖZÖSSÉGEK BIZOTTSÁGA,

tekintettel az Európai Közösséget létrehozó szerződésre,

tekintettel a legutóbb az 1882/2003/EK európai parlamenti és tanácsi rendelettel ⁽¹⁾ módosított, az emberi fogyasztásra szánt élelmiszerek ellenőrzésére szolgáló közösségi mintavételi és vizsgálati módszerek bevezetéséről szóló, 1985. december 20-i 85/591/EGK tanácsi irányelvre ⁽²⁾, és különösen annak 1. cikkére,

mivel:

- (1) A legutóbb a 242/2004/EK rendelettel ⁽³⁾ módosított, az élelmiszerekben előforduló egyes szennyező anyagok legmagasabb értékének meghatározásáról szóló, 2001. március 8-i 466/2001/EK bizottsági rendelet ⁽⁴⁾ rögzíti az élelmiszerkonzervekben a szervesetlen ónvegyületekre vonatkozó legmagasabb értékeket, és intézkedéseket irányoz elő az alkalmazandó mintavételi és vizsgálati módszerek megállapítására.
- (2) A legutóbb az 1882/2003/EK rendelettel módosított, az élelmiszerek hatósági ellenőrzésével kapcsolatos további intézkedésekről szóló, 1993. október 29-i 93/99/EGK tanácsi irányelv ⁽⁵⁾ bevezeti a minőségi szabványok rendszerét azon laboratóriumokban, amelyeket a tagállamok az élelmiszerek hatósági ellenőrzésével bíztak meg.
- (3) Szükségesnek látszik rögzíteni azon általános követelményeket, amelyeket a vizsgálati módszereknek ki kell elégíteniük annak biztosítására, hogy az ellenőrzésért felelős laboratóriumok összehasonlítható teljesítményszintet nyújtó vizsgálati módszereket alkalmazzanak. Kiemelkedően fontos továbbá a vizsgálati eredmények egységes módon való jelentése és értelmezése annak érdekében, hogy egy összehangolt végrehajtási módot biztosítsanak az Európai Unió egészében. Ezen értelmező szabályokat kell a hatósági ellenőrzés céljából vett mintákból nyert vizsgálati eredményekre alkalmazni. A védekezési vagy szakmai célokból végzett vizsgálatok tekintetében a nemzeti szabályokat kell alkalmazni.

(4) A mintavételi és vizsgálati módszerekre vonatkozó rendelkezéseket az aktuális ismeretek alapján állapították meg, és azokat a tudományos és technológiai ismeretek fejlődésének figyelembe vételével ki lehet igazítani. A teljes óntartalom megállapítására szolgáló vizsgálati módszerek alkalmasak a szervesetlen ónvegyületek ellenőrzésére. Az ón szerves formáinak lehetséges jelenlétét elhanyagolhatónak tekintik a szervesetlen ónvegyületekre meghatározott legmagasabb szintek tekintetében.

(5) Az ezen irányelvben előírt intézkedések összhangban vannak az Élelmiszerlánc- és Állat-egészségügyi Állandó Bizottság véleményével,

ELFOGADTA EZT AZ IRÁNYELVET:

1. cikk

A tagállamok megtesznek minden szükséges intézkedést annak biztosítására, hogy az élelmiszerek óntartalmának hatósági ellenőrzése során a mintavételt az ezen irányelv I. mellékletében meghatározott módszerekkel összhangban végezzék.

2. cikk

A tagállamok megtesznek minden szükséges intézkedést annak biztosítására, hogy az élelmiszerek óntartalmának hatósági ellenőrzése során alkalmazott mintaelőkészítés és a vizsgálati módszerek megfeleljenek az ezen irányelv II. mellékletében ismertetett követelményeknek.

3. cikk

A tagállamok hatályba léptetik azokat a törvényi, rendeleti és közigazgatási rendelkezéseket, amelyek szükségesek ahhoz, hogy ezen irányelv rendelkezéseinek 2004. december 31-ig megfeleljenek. Haladéktalanul tájékoztatják a Bizottságot e rendelkezések szövegéről, valamint megküldenek számára egy megfelelési táblázatot ennek az irányelvnek a rendelkezései és az általuk kibocsátott nemzeti rendelkezések közötti megfelelésről.

Amikor a tagállamok elfogadják ezeket a rendelkezéseket, azokban hivatkozni kell erre az irányelvre, vagy azokhoz hivatalos kihirdetésük alkalmával ilyen hivatkozást kell fűzni. A hivatkozás módját a tagállamok határozzák meg.

⁽¹⁾ HL L 284., 2003.10.31., 1. o.⁽²⁾ HL L 372., 1985.12.31., 50. o.⁽³⁾ HL L 42., 2004.2.13., 3. o.⁽⁴⁾ HL L 77., 2001.3.16., 1. o.⁽⁵⁾ HL L 290., 1993.11.24., 14. o.

4. cikk

Ez az irányelv az *Európai Unió Hivatalos Lapjában* való kihirdetését követő huszadik napon lép hatályba.

Ennek az irányelvnek a tagállamok a címzettjei.

Kelt Brüsszelben, 2004. február 12-én.

a Bizottság részéről

David BYRNE

a Bizottság tagja

I. MELLÉKLET

AZ ÉLELMISZERKONZERVEK ÓNTARTALMÁNAK HATÓSÁGI ELLENŐRZÉSE CÉLJÁBÓL VÉGZETT MINTAVÉTEL MÓDSZEREI

1. **Cél és alkalmazási kör**

Az élelmiszerkonzervek óntartalmának hatósági ellenőrzésére szánt mintákat az alábbiakban ismertetett módszerekkel összhangban kell venni. Az így nyert egyesített mintákat a vizsgálandó tételre nézve reprezentatívnak kell tekinteni. A 466/2001/EK bizottsági rendeletben megállapított legmagasabb értékek betartását a laboratóriumi mintákban kimutatott értékek alapján kell megállapítani.

2. **Fogalommeghatározások**

Tétel: egy élelmiszercikk azonosítható, egyszerre szállított mennyisége, amelyről a hatósági ellenőrzést végző személy megállapította, hogy származás, fajta, csomagolási típus, csomagoló, feladó és jelölések szempontjából közös jellemzőkkel bír.

Altétel: egy tétel kijelölt része, amelyen a mintavételi eljárást alkalmazzák. Minden egyes altételnek fizikailag elkülönítettnek és azonosíthatónak kell lennie.

Növekményes minta: a tétel vagy az altétel egyetlen helyéről vett anyagmennyiség.

Egyesített minta: a tételből vagy altételből vett összes növekményes minta együttese.

Laboratóriumi minta: a laboratóriumi célokra szánt minta.

3. **Általános rendelkezések**3.1. *Személyzet*

A mintavételt egy, a tagállam által felhatalmazott személy végzi.

3.2. *Mintázandó anyag*

Minden vizsgálandó tételből külön-külön kell mintát venni.

3.3. *Óvintézkedések*

A mintavétel és a minták előkészítése során óvintézkedéseket kell tenni minden olyan változás elkerülésére, amely befolyásolná az óntartalmat, károsan befolyásolná az analitikai meghatározást vagy csorbítaná az egyesített minták reprezentativitását.

3.4. *Növekményes minták*

A növekményes mintákat lehetőség szerint a tétel vagy az altétel különböző, egymástól távoli helyeiről kell venni. Az ezen eljárástól való eltéréseket fel kell jegyezni a mintavételi naplóban.

3.5. *Az egyesített minta elkészítése*

Az egyesített mintát a növekményes minták összesítésével kell előállítani. Az egyesített mintát a laboratóriumban homogenizálják.

3.6. *Párhuzamos laboratóriumi minták*

A homogenizált mintából megerősítés céljából, illetve szakmai (védekezési) és szakértői célokra párhuzamos laboratóriumi mintákat kell venni, kivéve, ha ez ellentétes a tagállamok mintavételi szabályaival.

3.7. *A minták csomagolása és szállítása*

Minden egyes mintát olyan tiszta, semleges kémhatású tárolóedénybe kell helyezni, amely védelmet nyújt a szennyeződések és a szállítás okozta károsodások ellen. Minden szükséges óvintézkedést meg kell tenni a minta összetételében a szállítás vagy a tárolás során esetlegesen bekövetkező változás elkerülése érdekében.

3.8. A minták lezárása és címkézése

A hatósági felhasználásra vett összes mintát a mintavétel helyszínén le kell zárni és a tagállam szabályainak megfelelően azonosítóval kell ellátni.

Minden egyes mintavételről naplót kell vezetni – amely alapján a tétel egyértelműen azonosítható –, feljegyezve benne a mintavétel időpontját és helyét, továbbá minden olyan további információt, amely segítheti a vizsgálatot végző személy munkáját.

4. Mintavételi tervek

Az alkalmazott mintavételi módszer biztosítja, hogy az egyesített minta reprezentatív legyen a vizsgálandó tétel tekintetében.

4.1. A növekményes minták száma

A tételben lévő konzervdobozokból vett növekményes minták minimális számát az 1. táblázat ismerteti. Az egyes konzervdobozokból vett, egyesített mintát adó növekményes minták hasonló súlyúak (lásd 3.5. pont).

1. táblázat

Egyesített minta készítése céljából vett konzervdobozok (növekményes minták) száma

A tételt vagy altételt alkotó konzervdobozok száma	A tételből vett konzervdobozok száma
1–25	legalább 1 konzervdoboz
26–100	legalább 2 konzervdoboz
> 100	5 konzervdoboz

Figyelembe kell venni, hogy a legmagasabb szintek az egyes konzervdobozok tartalmára vonatkoznak, azonban a vizsgálat megvalósíthatóságához az egyesített mintával való megközelítést kell alkalmazni. Amennyiben az egyesített minta vizsgálati eredménye közel esik a legmagasabb határértékhez, de még alatta van, és amennyiben feltételezhető, hogy az egyes konzervdobozok esetén az érték meghaladja a legmagasabb határértéket, akkor további vizsgálatok végrehajtása válhat szükségessé.

4.2. Mintavétel kiskereskedelmi fázisban

Az élelmiszerek kiskereskedelmi fázisban való mintavételét, amennyiben lehetséges, a fenti mintavételi rendelkezésekkel összhangban kell elvégezni. Amennyiben ez nem lehetséges, a kiskereskedelmi fázisban további hatékony mintavételi eljárásokat kell alkalmazni, feltéve, hogy azok kielégítő reprezentativitást biztosítanak a mintavétel alapjául szolgáló tétel esetén.

5. A tétel vagy altétel előírásoknak való megfelelése

Az ellenőrző laboratórium legalább két független elemzést végez, majd kiszámítja az eredmények középértékét.

A tételt akkor fogadják el, a vizsgálati eredmények középértéke, figyelemmel a mérési hibahatárra és a helyreállítási korrekcióra, nem haladja meg a (466/2001/EK rendeletben megállapított) legmagasabb határértéket.

A tétel nem felel meg a (466/2001/EK rendeletben megállapított) legmagasabb határértéknek, ha a középérték, a mérési hibahatárra és a helyreállítási korrekcióra is figyelemmel, az ésszerűség határain belül kétséget kizáróan meghaladja a legmagasabb határértéket.

II. MELLÉKLET

AZ ÉLELMISZERKONZERVEK ÖNTARTALMÁNAK HATÓSÁGI ELLENŐRZÉSEKOR ALKALMAZOTT MINTAELOKÉSZÍTÉS ÉS A VIZSGÁLATI MÓDSZEREKRE VONATKOZÓ KÖVETELMÉNYEK

1. Az ónra vonatkozó óvintézkedések és általános megfontolások

A mintavétel alapvető követelménye az, hogy szekunder szennyezőanyagok bevétele nélkül reprezentatív és homogén laboratóriumi mintát kapjanak.

A vizsgálatot végzőknek biztosítaniuk kell, hogy a minták ne szennyeződjenek a mintaelőkészítés során. Amennyiben lehetséges a mintával kapcsolatba kerülő műszert semleges hatású anyagból, pl. műanyagból, úgymint polipropilénből, PTFE-ből stb. kell készíteni, és azt sávvval meg kell tisztítani a szennyeződés kockázatának csökkentésére. Vágóélként jó minőségű rozsdamentes acélt lehet használni.

A laboratóriumban átvett valamennyi anyagot fel kell használni a tesztanyag elkészítésére. Csak a rendkívül finoman homogenizált minták adnak reprodukálható eredményeket.

Számos megfelelő, egyedi mintaelőkészítési módszert lehet használni. Az „Élelmiszerek – Nyomelemek meghatározása – Hatékonysági követelmények és általános megfontolások” („Foodstuffs – Determination of trace elements – Performance criteria, general considerations and sample preparation”) című CEN-szabványban ⁽¹⁾ leírt módszerek megfelelőnek bizonyultak, ám más eljárások is megfelelőek lehetnek.

2. A laboratórium által átvett minta kezelése

Adott esetben finomra kell őrlni, és alaposan össze kell keverni az egész egyesített mintát egy bizonyítottan teljes homogenizációt eredményező eljárás alkalmazásával.

3. A minták felosztása megerősítési vagy védekezési célra

A homogenizált mintából megerősítés céljából, illetve szakmai (védekezési) és szakértői célokra párhuzamos mintákat kell venni, kivéve, ha ez ellentétes a tagállamok mintavételi szabályaival.

4. A laboratórium által alkalmazandó vizsgálati módszer és a laboratóriumi ellenőrzésre vonatkozó követelmények

4.1. Fogalm meghatározások

Az alábbiakban azok a leggyakrabban használt meghatározások szerepelnek, amelyeket a laboratóriumnak alkalmaznia kell:

r = Megismételhetőség: azon érték, amely alatt két egyedi, megismételhetőségi körülmények között (azaz ugyanazon minta, ugyanazon kezelőszemély, ugyanazon berendezés, ugyanazon laboratórium és a két teszt elvégzése között eltelt rövid idő) kapott teszteredmény közötti abszolút különbség várhatóan egy specifikus valószínűségen belülre (tipikusan 95 %) esik és így $r = 2,8 \times s_r$.

s_r = Standard eltérés: a megismételhetőségi körülmények között kapott eredményekből kell kiszámítani.

RSD_r = Relatív standard eltérés: a megismételhetőségi körülmények között kapott eredményekből kell kiszámítani $[(s_r/\bar{x}) \times 100]$, ahol a képletben \bar{x} az összes laboratóriumban, illetve mintára kapott eredmény átlaga.

R = Reprodukálhatóság: azon érték, amely alatt két egyedi, reprodukálhatósági körülmények között (azaz különböző laboratóriumokban dolgozó kezelőszemélyek által vett azonos anyagon, standardizált vizsgálati módszer alkalmazásával) kapott teszteredmény közötti abszolút különbség várhatóan egy bizonyos valószínűségen belülre (tipikusan 95 %) esik; $R = 2,8 \times s_R$.

s_R = Standard eltérés: a reprodukálhatósági körülmények között kapott eredményekből kell kiszámítani.

RSD_R = Relatív standard eltérés: a reprodukálhatósági körülmények között kapott eredményekből kell kiszámítani $[(s_R/\bar{x}) \times 100]$.

$HORRAT_r$ = a kapott RSD_r elosztva a Horwitz-egyenlettel megállapított RSD_r -vel, az $r = 0,66R$ közelítést alkalmazva.

$HORRAT_R$ = a kapott RSD_R érték elosztva a Horwitz-egyenlettel számított RSD_R értékkel (2).

U = a kettes lefedettségű tényezővel számított kiterjesztett bizonytalanság, ami kb. 95 %-os megbízhatósághoz vezet.

4.2. *Általános követelmények*

Az élelmiszerellenőrzési célokra alkalmazott vizsgálati módszereknek meg kell felelniük az emberi fogyasztásra szánt élelmiszerek ellenőrzésére szolgáló közösségi mintavételi és vizsgálati módszerek bevezetéséről szóló, 1985. december 20-i 85/591/EGK tanácsi irányelv ⁽¹⁾ mellékletének 1. és 2. pontjában ismertetett rendelkezéseknek.

4.3. *Különleges követelmények*

Amennyiben az óntartalom élelmiszerkonservekben előforduló szintjének meghatározására nem írtak elő közösségi szinten külön módszert, a laboratóriumok bármely validált módszert választhatják, feltéve, hogy a kiválasztott módszer kielégíti a 2. táblázatban megadott hatékonysági követelményeket. A validálásnak lehetőség szerint ki kell terjednie a hitelesített referenciaanyagra is.

2. táblázat

Az ón vizsgálati módszereire vonatkozó hatékonysági követelmények

Paraméter	Érték/megjegyzés
Alkalmazhatóság	A 242/2004/EK rendeletben megadott élelmiszerek.
Kimutatási határ	Legfeljebb 5 mg/kg.
Meghatározási határ	Legfeljebb 10 mg/kg.
Precizitás	A HORRATr vagy HORRATR értékek alacsonyabbak 1,5-nél a validálási körvizsgálat során.
Visszanyerés	80–105 % (a körvizsgálatban megadott módon).
Specifikusság	Mátrixtól vagy spektrális interferenciától mentes.

4.3.1. **Hatékonysági követelmények – A bizonytalansági funkció megközelítése**

Azonban bizonytalansági megközelítést is lehet használni a laboratórium által alkalmazott vizsgálati módszer alkalmazásának felmérésére. A laboratórium olyan módszert alkalmazhat, amely a legmagasabb standard bizonytalanságon belüli eredményekkel szolgál. A legmagasabb standard bizonytalanságot a következő képlettel lehet kiszámítani:

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

ahol:

U_f a legmagasabb standard bizonytalanság

LOD a módszer kimutatási határa

C a mindenkori koncentráció

Amennyiben egy vizsgálati módszer a legmagasabb standard bizonytalanságnál kisebb mérési pontosságot eredményez, a módszert ugyanúgy alkalmasnak lehet tekinteni, mint azon módszert, amely megfelel a 2. táblázatban megadott hatékonysági követelményeknek.

4.4. *A visszanyerés számítása és az eredmények közzététele*

A vizsgálati eredményt a visszanyerésre korrigálva vagy nem korrigálva kell közzétenni. A közzététel módját és a visszanyerési mértéket közzé kell tenni. A megfelelés ellenőrzésére használják a visszanyerésre korrigált vizsgálati eredményeket (lásd az I. melléklet 5. pontját).

A vizsgálatot végzőnek figyelembe kell vennie az IUPAC/ISO/AOAC támogatásával kidolgozott „Harmonised Guidelines for the Use of Recovery Information in Analytical Measurement” („Harmonizált iránymutatások az analitikai mérések visszanyerési adatainak használatához”) című útmutatót (3).

A vizsgálati eredményt $x \pm U$ formában kell jelenteni, ahol x a vizsgálati eredmény, U pedig a mérési bizonytalanság.

4.5. *A laboratóriumokra vonatkozó minőségi szabványok*

A laboratóriumoknak meg kell felelniük az élelmiszerek hatósági ellenőrzésével kapcsolatos további intézkedésekről szóló, 1993. október 29-i 93/99/EGK tanácsi irányelvnek.

⁽¹⁾ HL L 372., 1985.12.31., 50. o.

4.6 A vizsgálat egyéb megfontolásai

Jártassági vizsgálat

Részvétel az IUPAC/ISO/AOAC támogatásával kidolgozott „International Harmonised Protocol for Proficiency Testing of (Chemical) Analytical Laboratories” („Nemzetközi harmonizált jegyzőkönyv a (kémiai) analitikai laboratóriumok jártassági vizsgálatáról”) című útmutatónak (4) megfelelő jártassági vizsgálatokban.

Bizonyos vizsgálatok magukban foglalják különösen az élelmiszerekben lévő óntartalom megállapítását, és inkább az ilyen programokban való részvétel ajánlott az élelmiszerekben lévő fémtartalom meghatározására vonatkozó általános programmal szemben.

Belső minőség-ellenőrzés

A laboratóriumoknak képesnek kell lenniük bizonyítani, hogy rendelkeznek belső minőségellenőrzési eljárásokkal. Erre tartalmaz példát az „ISO/AOAC/IUPAC International Harmonised Guidelines for Internal Quality Control in Analytical Chemistry Laboratories” („ISO/AOAC/IUPAC iránymutatók a kémiai analitikai laboratóriumokban alkalmazott minőségellenőrzési rendszerekre”) (5) című kiadvány.

Mintaelőkészítés

Figyelmet kell fordítani annak biztosítására, hogy a mintában lévő valamennyi ón bekerüljön a vizsgálatban figyelembe vett mintába. Elfogadott különösen, hogy a minta feloldási eljárásának úgy kell lezajlania, hogy annak során ne csapódjanak ki hidrolizált SnIV-kötések (azaz olyan kötések, mint az ónoxid SnO_2 , $\text{Sn}(\text{OH})_4$, $\text{SnO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$).

Az előkészített mintákat 5 mol/l HCl-ben kell tartani. Az SnCl_4 azonban könnyen elpárolog, így az oldatokat nem lehet forralni.

FORRÁSOK

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