

32004L0016

13.2.2004

ÚRADNÝ VESTNÍK EURÓPSKEJ ÚNIE

L 42/16

**SMERNICA KOMISIE 2004/16/ES**  
**z 12. februára 2004,**  
**ktorou sa ustanovujú metódy na odoberanie vzoriek a metódy analýzy na úradnú kontrolu obsahu cínu**  
**v konzervovaných potravinách**  
 (Text s významom pre EHP)

KOMISIA EURÓPSKÝCH SPOLOČENSTIEV

kontrolu; v prípade analýzy na obchodné ciele a arbitrážne ciele platia vnútroštátne predpisy.

so zreteľom na Zmluvu o založení Európskeho spoločenstva,

so zreteľom na smernicu Rady 85/591/EHS z 20. decembra 1985, ktorá sa týka zavedenia metód spoločenstva na odoberanie vzoriek a analytických metód na monitorovanie potravín určených na ľudskú spotrebu <sup>(1)</sup>, zmenenú a doplnenú nariadením Európskeho parlamentu a Rady (ES) č. 1882/2003 <sup>(2)</sup>, najmä na jej článok 1,

keďže:

- (1) Nariadenie Komisie (ES) č. 466/2001 z 8. marca 2001, ktorým sa ustanovujú maximálne hodnoty obsahu niektorých cudzorodých látok v potravinách <sup>(3)</sup>, naposledy zmenené a doplnené nariadením (ES) č. 242/2004 <sup>(4)</sup>, určuje maximálne limity pre anorganický cín v konzervovaných potravinách a odkazuje na opatrenia, ktoré ustanovujú metódy na odoberanie vzoriek a analýzy, ktoré sa musia používať.
- (2) Smernica Rady 93/99/EHS z 29. októbra 1993 o dodatočných opatreniach týkajúcich sa úradnej kontroly potravín <sup>(5)</sup>, zmenená a doplnená nariadením (ES) č. 1882/2003, zavádza systém noriem kvality pre laboratória, ktoré členské štáty poverili kontrolou potravín.
- (3) Zdá sa, že je potrebné stanoviť všeobecné kritériá, ktoré musí spĺňať metóda analýz, aby sa zabezpečilo, že laboratória poverené kontrolou používajú metódy analýz s porovnateľnými parametrami; veľmi dôležité je aj to, aby sa analytické výsledky uvádzali a vyhodnocovali jednotným spôsobom, aby sa zabezpečil zosúladený postup v rámci Európskej únie; tieto pravidlá vyhodnocovania platia pre analytické výsledky získané zo vzorky na úradnú

- (4) Ustanovenia na odber vzoriek a metódy analýzy sa vypracovali na základe súčasných poznatkov a môžu sa upravovať, aby sa zohľadnil pokrok vo vedeckých a technických poznatkoch; metódy na analýzu celkového obsahu cínu sú vhodné na kontroly anorganického cínu; možná prítomnosť organických foriem cínu sa pokladá za zanedbateľnú vo vzťahu k maximálnym hodnotám stanoveným pre organický cín.

- (5) Opatrenia ustanovené v tejto smernici sú v súlade so stanoviskom Stáleho výboru pre potravinový reťazec a zdravie zvierat,

PRIJALA TÚTO SMERNICU:

*Článok 1*

Členské štáty prijímú všetky opatrenia potrebné na zabezpečenie toho, aby sa odber vzoriek na účel úradnej kontroly obsahu cínu v potravinách vykonával v súlade s metódami opísanými v prílohe I k tejto smernici.

*Článok 2*

Členské štáty prijímú všetky opatrenia potrebné na zabezpečenie toho, aby príprava vzoriek a metódy analýzy používané na účel úradnej kontroly obsahu cínu v potravinách boli v súlade s kritériami opísanými v prílohe II k tejto smernici.

*Článok 3*

Členské štáty prijímú zákony, iné právne predpisy a správne opatrenia potrebné na dosiahnutie súladu s ustanoveniami tejto smernice do 31. decembra 2004. Bezodkladne informujú Komisiu o znení takýchto ustanovení a o tabuľke zhody medzi takýmito ustanoveniami a touto smernicou.

Členské štáty uvedú priamo v prijatých ustanoveniach alebo pri ich úradnom uverejnení odkaz na túto smernicu. Podrobnosti o odkaze upravujú členské štáty.

<sup>(1)</sup> Ú. v. ES L 372, 31.12.1985, s. 50.

<sup>(2)</sup> Ú. v. EÚ L 284, 31.10.2003, s. 1.

<sup>(3)</sup> Ú. v. ES L 77, 16.3.2001, s. 1.

<sup>(4)</sup> Pozri stranu 3 tohto úradného vestníka.

<sup>(5)</sup> Ú. v. ES L 290, 24.11.1993, s. 14.

## Článok 4

Táto smernica nadobúda účinnosť dvadsiatym dňom po jej uverejnení v *Úradnom vestníku Európskej únie*.

Táto  
smernica je adresovaná členským štátom.

V Bruseli 12. februára 2004

*Za Komisiu*

David BYRNE

*Člen Komisie*

\_\_\_\_\_

## PRÍLOHA I

**METÓDY NA ODBER VZORIEK NA ÚČEL ÚRADNEJ KONTROLY OBSAHU CÍNU  
V KONZERVOVANÝCH POTRAVINÁCH****1. Účel a oblasť uplatnenia**

Vzorky určené na úradnú kontrolu obsahu cínu v konzervovaných potravinách sa odoberajú podľa ďalej opísaných metód. Takto získané súhrnné vzorky sa pokladajú za reprezentatívne pre príslušné dávky. Súlad s maximálnym obsahom stanoveným v nariadení Komisie (ES) č. 466/2001 sa určí na základe obsahu stanoveného v laboratórnych vzorkách.

**2. Definície**

Dávka: identifikovateľné množstvo potravinovej komodity dodaného v jednej zásielke, ktorá podľa úradnej kontroly vykazuje spoločné vlastnosti, ako sú pôvod, odroda, druh balenia, baliareň, odosielateľ alebo označenie.

Časť dávky: určená časť dávky, na ktorej sa má uplatniť metóda na odber vzorky. Každá časť dávky musí byť fyzicky oddelená a identifikovateľná.

Čiastková vzorka: množstvo materiálu odobratého z jediného miesta dávky alebo jej časti.

Súhrnná vzorka: zložená zo všetkých čiastkových vzoriek odobratých z dávky alebo jej časti.

Laboratórna vzorka: vzorka určená pre laboratórium.

**3. Všeobecné ustanovenia****3.1. Personál**

Odber vzoriek vykonáva oprávnená osoba, ktorú bližšie určia členské štáty.

**3.2. Materiál na odber vzoriek**

Z každej dávky, ktorá sa má prekontrolovať, sa vzorky musia odobrať oddelene.

**3.3. Bezpečnostné opatrenia**

Pri odoberaní vzoriek a príprave vzoriek sa musia dodržiavať bezpečnostné opatrenia, aby sa zabránilo akýmkoľvek zmenám, ktoré by mali vplyv na obsah cínu, alebo by mali nepriaznivý vplyv na analytickú stanoviteľnosť alebo na reprezentatívnosť súhrnnej vzorky.

**3.4. Čiastkové vzorky**

Pokiaľ je to možné, mali by sa odberať čiastkové vzorky na rôznych miestach rozdelených v rámci dávky alebo jej časti. Odchýlka od tohto postupu sa musí uviesť do záznamu.

**3.5. Príprava súhrnnej vzorky**

Súhrnná vzorka sa vytvorí spojením všetkých čiastkových vzoriek. Takáto súhrnná vzorka sa homogenizuje v laboratóriu.

**3.6. Opakované laboratórne vzorky**

Opakované laboratórne vzorky na účely potvrdenia hodnôt, na obchodné ciele a arbitrážne ciele sa odoberú z homogenizovanej súhrnnej vzorky, ak to nie je v rozpore s právnymi predpismi členských štátov pre odber vzoriek.

**3.7. Balenie a zasielanie vzoriek**

Každá vzorka sa umiestni do čistej, inertnej prepravnej nádoby, ktorá poskytuje primeranú ochranu pred kontamináciou a poškodením pri preprave. Prijímú sa všetky potrebné bezpečnostné opatrenia, aby sa zabránilo akejkoľvek zmene v zložení vzorky, ktoré by mohlo vzniknúť počas prepravy alebo skladovania.

### 3.8. Zapečatenie a označovanie vzoriek

Každá vzorka odobratá na úradné použitie sa zapečatí v mieste odberu vzorky a označí sa podľa predpisov členského štátu.

O každom odbere vzoriek sa musí viesť záznam, z ktorého je možné jasne určiť každú dávku, dátum a miesto odberu vzorky so všetkými dodatočnými informáciami, ktoré by mohli pomôcť pri analýze.

### 4. Plány odberu vzoriek

Použitá metóda odberu vzoriek musí zabezpečiť, aby súhrnná vzorka bola reprezentatívna pre dávku, ktorá sa má kontrolovať.

#### 4.1. Počet čiastkových vzoriek

Minimálny počet čiastkových vzoriek, ktoré sa majú odobrať z konzerv v rámci dávky musí zodpovedať údaju v tabuľke 1. Čiastkové vzorky odobraté z každej konzervy musia mať podobnú hmotnosť a vytvárať spolu súhrnnú vzorku (pozri bod 3.5).

Tabuľka 1

#### Počet konzerv (čiastkových vzoriek), ktoré sa musia odobrať pre súhrnnú vzorku

Počet konzerv v dávke alebo jej časti	Počet konzerv, ktoré sa musia odobrať
1 až 25	najmenej 1 konzerva
26 až 100	najmenej 2 konzervy
> 100	5 konzerv

Je potrebné upozorniť, že maximálne množstvá sa vzťahujú na obsah každej konzervy, ale na uľahčenie skúšky je potrebné, aby sa pracovalo so súhrnnou vzorkou. Ak je výsledok skúšky pre súhrnnú vzorku nižší, ale tesne pod maximálnou hodnotou a ak je podozrenie, že jednotlivé konzervy by mohli prevýšiť maximálnu hodnotu, potom by sa mohli požadovať ďalšie vyšetrenia.

#### 4.2. Odber vzoriek v štádiu maloobchodného predaja

Odber vzoriek potravín v štádiu maloobchodného predaja by sa mal robiť, ak je to možné, v súlade s uvedenými ustanoveniami na odber vzoriek. Ak to nie je možné, môžu sa v štádiu maloobchodného predaja použiť iné účinné postupy na odber vzoriek, ak sa zabezpečí dostatočná reprezentatívnosť pre dávku, z ktorej sa odoberajú vzorky.

### 5. Súlad dávky alebo jej časti so špecifikáciami

Kontrolné laboratórium analyzuje laboratórnu vzorku na účely úradnej kontroly najmenej v dvoch paralelných analýzach a výsledok určí ako priemernú hodnotu týchto dvoch paralelných stanovení.

Dávka vyhovuje, ak priemer neprevyšuje príslušnú maximálnu hodnotu (stanovenú v nariadení (ES) č. 466/2001), pričom sa zoberie do úvahy neistota merania a výťažnosť, a výsledok sa opraví o výťažnosť.

Dávka je nevyhovujúca – nie je v súlade s maximálnou hodnotou (ustanovenou v nariadení (ES) č. 466/2001), ak priemer nepochybne prevyšuje maximálnu hodnotu, pričom sa zoberie do úvahy neistota merania a zohľadní sa výťažnosť, a výsledok sa opraví o výťažnosť.

## PRÍLOHA II

## PRÍPRAVA VZORKY A KRITÉRIÁ PRE METÓDY ANALÝZY POUŽÍVANÉ PRI ÚRADNEJ KONTROLE OBSAHU CÍNU V KONZEROVANÝCH POTRAVINÁCH

1. **Bezpečnostné opatrenia a všeobecné opatrenia vzhľadom na cín**

Základnou požiadavkou je získať reprezentatívnu a homogénnu laboratórnu vzorku bez zanesenia sekundárnej kontaminácie.

Osoba vykonávajúca analýzu zabezpečí, aby sa vzorky počas ich prípravy nekontaminovali. Pokiaľ je to možné, mali by sa prístroje prichádzajúce do kontaktu so vzorkou vyrábať z inertných materiálov, napr. z plastov, ako sú polypropylén, PTFE, atď. a tieto by mali byť očistené kyselinou, aby sa minimalizovalo riziko kontaminácie. Na otváranie konzerv sa môžu používať nástroje z nehrdzavejúcej ocele.

Celá vzorka materiálu, ktorú laboratórium dostane, sa použije na prípravu skúšobnej vzorky. Iba veľmi jemne homogenizované vzorky umožnia reprodukovateľné výsledky.

Existuje veľa spoľahlivých presne určených postupov na prípravu vzorky, ktoré sa môžu použiť. V norme CEN o „určovaní stopových prvkov – kritériá výkonu a všeobecné dôvody“ sú uvedené postupy, ktoré sú dokázateľne dostatočné <sup>(1)</sup>, rovnako platné však môžu byť aj iné postupy.

2. **Ošetrovanie vzorky zaslanej do laboratória**

Kompletná súhrnná vzorka sa podľa postupu, ktorým sa preukázateľne dosiahne úplná homogenizácia, jemne zomelie (kde je to vhodné) a dôkladne sa pomieša.

3. **Ďalšie rozdelenie vzoriek na účely potvrdenia hodnôt a obchodného zdôvodnenia**

Opakované laboratórne vzorky určené na stanovenie hodnôt, obchodné ciele a arbitrážne ciele sa odoberú z homogenizovaného materiálu, ak to nie je v rozpore s právnymi predpismi členských štátov pre odber vzoriek.

4. **Metóda analýzy, ktorú použije laboratórium a požiadavky na kontrolu laboratórií**4.1. *Definície*

Ďalej sú uvedené najčastejšie používané definície, ktoré má laboratórium používať:

$r$  = opakovateľnosť, hodnota, pod ktorú je možné očakávať, aby absolútny rozdiel medzi 2 výsledkami jednotlivých skúšok, získanými za podmienok opakovateľnosti (t. j. rovnaká vzorka, rovnaký operátor, rovnaký prístroj, rovnaké laboratórium a krátky časový interval) bol v rámci určenej pravdepodobnosti (spravidla 95 %), a preto  $r = 2,8 \times s_r$ ;

$s_r$  = štandardná odchýlka, vypočítaná z výsledkov získaných za podmienok opakovateľnosti;

$RSD_r$  = relatívna štandardná odchýlka, vypočítaná z výsledkov získaných za podmienok opakovateľnosti  $[(s_r/\bar{x}) \times 100]$ , kde  $\bar{x}$  je priemer výsledkov všetkých laboratórií a vzoriek.

$R$  = reprodukovateľnosť, hodnota, pod ktorú je možné očakávať, aby absolútny rozdiel medzi výsledkami jednotlivých skúšok, získanými za podmienok reprodukovateľnosti (t. j. na identickom materiále, ktorý operátori získali v rôznych laboratóriách, pri použití štandardizovanej metódy skúšania) bol v rámci určenej pravdepodobnosti (spravidla 95 %);  $R = 2,8 \times s_R$ ;

$S_R$  = štandardná odchýlka, vypočítaná z výsledkov získaných za podmienok reprodukovateľnosti;

$RSD_R$  = relatívna štandardná odchýlka, vypočítaná z výsledkov získaných za podmienok reprodukovateľnosti  $[(s_R/\bar{x}) \times 100]$ .

$HORRAT_r$  = zistená  $RSD_r$  hodnota vydelená hodnotou  $RSD_r$  určenou z Horwitzovej rovnice pri použití predpokladu  $r = 0,66R$ ;

$HORRAT_R$  = zistená hodnota  $RSD_R$  podelená hodnotou  $RSD_R$  vypočítanou z Horwitzovej rovnice (2);

$U$  = rozšírená neistota merania pri použití faktora rozšírenia 2, ktorá dáva stupeň spoľahlivosti približne 95 %.

## 4.2. Všeobecné požiadavky

Metódy analýzy používané na účely kontroly musia byť v súlade s ustanoveniami v bodoch 1 a 2 prílohy k smernici 85/591/EHS z 20. decembra 1985 o zavedení metód spoločenstva na odoberanie vzoriek a na analýzy na účely sledovania potravín určených na ľudskú spotrebu.

## 4.3. Špecifické požiadavky

Pokiaľ nie sú na úrovni spoločenstva predpísané žiadne špecifické metódy na stanovenie cínu v konzervovaných potravinách, môžu si laboratória zvoliť akúkoľvek validovanú metódu, ak zvolená metóda spĺňa metrologické požiadavky uvedené v tabuľke 2. Bolo by ideálne, keby validácia zahŕňala referenčný materiál, ktorému bolo udelené osvedčenie.

Tabuľka 2

## Kritériá na metrologické parametre pre metódy analýzy pre cín

Parameter	Hodnota/poznámka
Použitelnosť	potraviny bližšie určené v nariadení (ES) č. 242/2004
Limit detekcie	najviac 5 mg/kg
Limit kvantifikácie	najviac 10 mg/kg
Presnosť	hodnoty HORRAT <sub>t</sub> alebo HORRAT <sub>R</sub> menej ako 1,5 pri validácii
Výťažnosť	80 % až 105 % (ako je uvedené v výsledkoch validačného procesu)
Špecifickosť	nezávislé od matrice alebo bez spektrálnych interferencií

## 4.3.1. Metrologické parametre – koncepcia neistoty

Vhodnosť metódy analýzy, ktorú používa laboratórium, je možné posúdiť aj pomocou koncepcie neistoty merania. Laboratórium môže použiť metódu, ktorá poskytuje výsledky v rámci maximálnej štandardnej neistoty. Maximálna štandardná neistota sa môže vypočítavať podľa tohto vzorca:

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

kde:

$U_f$  je maximálna štandardná neistota

$LOD$  je limit detekcie metódy

$C$  je príslušná koncentrácia

Ak analytická metóda poskytne výsledky s neistotou merania, ktoré sú pod maximálnou štandardnou neistotou, metóda je rovnako vhodná ako metóda, ktorá spĺňa kritériá pre metrologické parametre uvedené v tabuľke 2.

## 4.4. Vypočítanie výťažnosti a uvádzanie výsledkov

Analytický výsledok sa môže uvádzať opravený alebo neopravený o výťažnosť. Spôsob určenia výťažnosti a hodnota výťažnosti sa musí uviesť. Opravený analytický výsledok o výťažnosť sa použije na kontrolu súladu s predpismi (pozri prílohu I bod 5).

Osoba vykonávajúca analýzu by mala brať do úvahy „Zosúladené usmernenia na použitie hodnôt výťažnosti pri analytickom meraní“ (3) vypracované podľa IUPAC/ISO/AOAC. Tieto usmernenia pomáhajú pri určení faktorov výťažnosti.

Výsledok analýzy sa musí uvádzať ako  $x \pm U$ , pričom  $x$  je výsledok analýzy a  $U$  je neistota merania.

## 4.5. Normy pre kvalitu laboratória

Laboratória musia spĺňať ustanovenia smernice Rady 93/99/ES z 29. októbra 1993 o predmete dodatočných meraní, ktoré sa týkajú úradných kontrol potravín.

#### 4.6. Ostatné faktory, ktoré sa berú do úvahy pri analýze

##### Skúška spôsobilosti

Účasť vo vhodných skúškach spôsobilosti, ktoré sú v súlade s „Medzinárodným protokolom na overovania spôsobilosti (chemických) analytických laboratórií“ (4), ktoré boli vypracované pod záštitou IUPAC/ISO/AOAC.

Niektoré z týchto programov sú osobitne orientované najmä na stanovenie cínú v potravinách a účasť na takomto programe sa odporúča oveľa viac ako na všeobecnom programe na určovanie kovov v potravinách.

##### Interná kontrola kvality

Laboratóriá by mali byť schopné preukázať, že využívajú interné postupy na kontrolu kvality. Ako vzor k tomu sú „Usmernenia o internej kontrole v chemických analytických laboratóriách vypracované ISO/AOAC/IUPAC“ (5).

##### Príprava vzorky

Musí sa dať pozor na to, aby sa do roztoku na analýzu dostal všetok cín vo vzorke. Treba poukázať najmä na to, že postup na rozpustenie vzorky musí prebiehať tak, aby sa nevyzrážali žiadne hydrolyzované zlúčeniny SnIV (t. j. druhy ako napríklad oxid cínčitý  $\text{SnO}_2$ ,  $\text{Sn(OH)}_4$ ,  $\text{SnO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ).

Prípravené vzorky sa musia uchovať v 5 mol/l HCl.  $\text{SnCl}_4$  je však ľahko prchavý, a preto preto by sa roztoky nemali variť.

#### ODKAZY

1. BS EN 13804:2002: Foodstuffs – Determination of trace elements – Performance criteria, general considerations and sample preparation, CEN, Rue de Stassart 36, B-1050 Brusel.
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. Vydavateľ Michael Thompson, Steven L R Ellison, Ales Fajgelj, Paul Willetts a Roger Wood, Pure Appl.Chem., 1999, 71, 337 – 348.
4. ISO/AOAC/IUPAC International Harmonised Protocol for Proficiency Testing of (Chemical) Analytical Laboratories, vydavateľa M Thompson a R Wood, Pure Appl. Chem., 1993, 65, 2123 – 2144 (uverejnené aj v J. AOAC International, 1993, 76, 926).
5. ISO/AOAC/IUPAC International Harmonised Guidelines for Internal Quality Control in Analytical Chemistry Laboratories, vydavateľa M Thompson a R Wood, Pure Appl. Chem., 1995, 67, 649 – 666.