

32004L0016

13.2.2004

URADNI LIST EVROPSKE UNIJE

L 42/16

DIREKTIVA KOMISIJE 2004/16/ES
z dne 12. februarja 2004
o metodah vzorčenja in analitskih metodah za uradni nadzor nad vsebnostjo kositra v živilih v pločevinkah
(Besedilo velja za EGP)

KOMISIJA EVROPSKIH SKUPNOSTI JE –

analitske rezultate na vzorcu za uradni nadzor. Pri analizah za namene prepovedi ali sodne namene se uporabljajo nacionalni predpisi.

ob upoštevanju Pogodbe o ustanovitvi Evropske skupnosti,

ob upoštevanju Direktive Sveta 85/591/EGS z dne 20. decembra 1985 o uvedbi metod Skupnosti za vzorčenje in analize za spremljanje in nadzor živil, namenjenih za prehrano ljudi ⁽¹⁾, spremenjene z Uredbo (ES) št. 1882/2003 Evropskega parlamenta in Sveta ⁽²⁾, in zlasti člena 1 Direktive,

- (4) Določbe za postopke vzorčenja in analitske metode so bile pripravljene na podlagi sedanjih spoznanj ter jih je mogoče prilagoditi ob upoštevanju napredka znanstvenih in tehnoloških spoznanj. Metode za analizo celotnega kositra so ustrezne za nadzor anorganskega kositra. Možna prisotnost organskih oblik kositra se šteje za zanemarljivo glede na mejne vrednosti, določene za anorganski kositer.

ob upoštevanju naslednjega:

- (1) Uredba Komisije (ES) št. 466/2001 z dne 8. marca 2001 o določitvi mejnih vrednosti nekaterih onesnaževal v živilih ⁽³⁾, kakor je bila nazadnje spremenjena z Uredbo (ES) št. 242/2004 ⁽⁴⁾, določa meje vrednosti za anorganski kositer v živilih v pločevinkah in se sklicuje na ukrepe, ki določajo metode vzorčenja in analitske metode, katere je treba uporabljati.

- (5) Ukrepi, predvideni s to direktivo, so v skladu z mnenjem Stalnega odbora za prehransko verigo ljudi in zdravstveno varstvo živali –

SPREJELA NASLEDNJO DIREKTIVO:

Člen 1

Države članice sprejmejo vse potrebne ukrepe za zagotovitev, da se vzorčenje za uradni nadzor nad vsebnostjo kositra v živilih izvaja v skladu z metodami, opisanimi v Prilogi I k tej direktivi.

Člen 2

Države članice sprejmejo vse potrebne ukrepe za zagotovitev, da so priprava vzorcev in analitske metode za uradni nadzor nad vsebnostjo kositra v živilih v skladu z merili, opisanimi v Prilogi II k tej direktivi.

Člen 3

Države članice sprejmejo zakone in druge predpise, potrebne za uskladitev s to direktivo, do 31. decembra 2004. Besedilo teh predpisov nemudoma sporočijo Komisiji skupaj s tabelo ujemanja med navedenimi predpisi in to direktivo.

Države članice se v sprejetih predpisih sklicujejo na to direktivo ali pa sklic nanjo navedejo ob njihovi uradni objavi. Način sklicevanja določijo države članice.

⁽¹⁾ UL L 372, 31.12.1985, str. 50.

⁽²⁾ UL L 284, 31.10.2003, str. 1.

⁽³⁾ UL L 77, 16.3.2001, str. 1.

⁽⁴⁾ Glej UL L 42, 13.2.2004, str. 3.

⁽⁵⁾ UL L 290, 24.11.1993, str. 14.

Člen 4

Ta direktiva začne veljati dvajseti dan po objavi v *Uradnem listu Evropskih unije*.

Ta direktiva je naslovljena na države članice.

V Bruslju, 12. februarja 2004

Za Komisijo

David BYRNE

Član Komisije

PRILOGA I

METODE VZORČENJA ZA URADNI NADZOR NAD VSEBNOSTJO KOSITRA V ŽIVILIH V PLOČEVINKAH**1. Namen in področje uporabe**

Vzorci za izvajanje uradnega nadzora nad vsebnostjo kositra v živilih se jemljejo po spodaj opisanih metodah. Tako dobljeni sestavljeni vzorci so reprezentativni vzorci za lot (pošiljko). Skladnost z mejnimi vrednostmi iz Uredbe Komisije (ES) št. 466/2001 se ugotavlja na podlagi vsebnosti, določenih v laboratorijskih vzorcih.

2. Opredelitve pojmov

Lot (pošiljka): je določljiva količina živila, dostavljena istočasno, za katero je uradnik ugotovil, da ima skupne značilnosti, kot so poreklo, sorta, vrsta pakiranja, pakirnica, pošiljatelj ali oznake.

Sublot (podpošiljka): določen del lota (pošiljke) za izvedbo metode vzorčenja na tem določenem delu. Vsak sublot (podpošiljka) mora biti fizično ločen in določljiv.

Primarni vzorec: količina materiala, vzetea iz enega mesta v lotu (pošiljki) ali subplotu (podpošiljki).

Sestavljeni vzorec: sestavljena celota vseh primarnih vzorcev, vzetih iz lota (pošiljke) ali subplota (podpošiljke).

Laboratorijski vzorec: vzorec, poslan za analizo v laboratorij.

3. Splošne določbe**3.1 Osebe**

Vzorčenje opravi pooblaščen oseba, ki jo imenujejo države članice.

3.2 Material za vzorčenje

Vsak lot (pošiljko) za pregled je treba vzorčiti ločeno.

3.3 Previdnostni ukrepi

Med vzorčenjem in pripravo vzorcev je treba ravnati previdno, da bi se izognili vsem spremembam, ki bi vplivale na vsebnost kositra, motile analitsko določanje ali bi povzročile nereprezentativnost sestavljenih vzorcev.

3.4 Primarni vzorci

Če je mogoče, se primarni vzorci jemljejo na različnih mestih, razporejenih po celotnem lotu (pošiljki) ali subplotu (podpošiljki). O odstopanju od tega postopka je treba poročati v zapisniku.

3.5 Priprava sestavljenega vzorca

Sestavljeni vzorec pripravimo tako, da vse primarne vzorce združimo. Ta sestavljeni vzorec se homogenizira v laboratoriju.

3.6 Referenčni laboratorijski vzorci

Referenčni vzorci za uradni nadzor, trženje (prepoved) in sodne namene se vzamejo iz homogeniziranega sestavljenega vzorca, če to ni v nasprotju z nacionalnimi predpisi o vzorčenju držav članic.

3.7 Shranjevanje in prevoz vzorcev

Vsak vzorec zapremo v čisto, inertno posodo, ki omogoča ustrezno zaščito pred onesnaženjem in pred poškodbami pri prevozu. Sprejmemo se vsi previdnostni ukrepi, da se prepreči sprememba sestave vzorca, ki bi lahko nastala med prevozom ali skladiščenjem.

3.8 Zapečatenje in označevanje vzorcev

Vsak odvzet vzorec za uradno uporabo se zapečati na kraju vzorčenja in označi po predpisih države članice.

O vsakem vzorčenju je treba voditi zapisnik, ki omogoča nedvoumno prepoznavanje vsakega lota (pošiljke), navesti datum in mesto odvzema z vsemi dodatnimi informacijami, ki bi bile analitiku lahko v pomoč.

4. Načrti vzorčenja

Z uporabljenim postopkom vzorčenja je treba zagotoviti, da je sestavljeni vzorec reprezentativen za preskusni lot (pošiljko).

4.1 Število primarnih vzorcev

Najmanjše število primarnih vzorcev iz enega lota (pošiljke) pločevink je navedeno v preglednici 1. Primarni vzorci, vzeti iz vsake pločevinke, morajo imeti enako maso in se združijo v sestavljen vzorec (glej točko 3.5).

Preglednica 1

Število pločevink (primarni vzorci), ki se vzamejo za oblikovanje sestavljenega vzorca

Število pločevink v lotu (pošiljki) ali subplotu (podpošiljki)	Število odvzetih pločevink
1 do 25	vsaj 1 pločevinka
26 do 100	vsaj 2 pločevinki
> 100	5 pločevink

Upoštevajte, da se mejne vrednosti uporabljajo za vsebnost vsake pločevinke, vendar pa je za izvedljivost preskušanja treba uporabiti metodo sestavljenega vzorčenja. Če je rezultat preskusa za sestavljeni vzorec manjši kot, vendar blizu mejne vrednosti, in če obstaja sum, da posamezne pločevinke lahko presegajo mejno vrednost, je treba opraviti nadaljnje preiskave.

4.2 Vzorčenje v maloprodaji:

Vzorčenje živil v maloprodaji je treba opraviti, kadar je to mogoče, v skladu z zgornjimi določbami vzorčenja. Če to ni mogoče, se smejo uporabiti drugi učinkoviti postopki vzorčenja pod pogojem, da zagotavljajo zadostno reprezentativnost za vzorčen lot (pošiljko).

5. Skladnost lota (pošiljke) ali subplota (podpošiljke) s specifikacijo

Za izvršbo preskusni laboratorij analizira laboratorijski vzorec z vsaj dvema neodvisnima analizama in izračuna povprečne rezultate.

Lot (pošiljka) je sprejemljiva, če povprečna vrednost ne preseže ustrezne mejne vrednosti (kakor določa Uredba (ES) št. 466/2001) ob upoštevanju merilne negotovosti in korekcije za izkoristek.

Lot (pošiljka) ni v skladu z zgornjo mejno vrednostjo (kakor določa Uredba (ES) 466/2001), če povprečna vrednost nedvoumno preseže mejno vrednost ob upoštevanju merilne negotovosti in korekcije za izkoristek.

PRILOGA II

**PRIPRAVA VZORCA IN MERILA ZA ANALITSKE METODE ZA URADNI NADZOR NAD
VSEBNOSTJO KOSITRA V ŽIVILIH V PLOČEVINKAH**

1. Previdnostna in splošna načela za kositer

Osnovna zahteva je pridobiti reprezentativni in homogeni laboratorijski vzorec, ne da bi prišlo do sekundarnega onesnaženja.

Analitik mora zagotoviti, da se vzorci med pripravo ne onesnažijo. Kadar je možno, mora biti naprava, ki pride v stik z vzorcem, izdelana iz inertnega materiala, npr. plastike, kot je polipropilen, PTFE itd., in te je treba očistiti s kislino, da se kar najbolj zmanjša tveganje za onesnaženje. Za rezanje robov se lahko uporabi visoko kakovostno nerjavno jeklo.

Ves vzorčni material, ki ga laboratorij sprejme, se mora uporabiti za pripravo preskusne snovi. Samo zelo dobro homogenizirani vzorci zagotavljajo ponovljive rezultate.

Obstaja več primernih specifičnih postopkov za pripravo vzorcev, ki se lahko uporabljajo. Postopki, opisani v standardu CEN „Kvantitativno določanje elementov v sledih – Izvedbena merila in splošna obravnava“, so primerni ⁽¹⁾, lahko pa se uporabljajo tudi drugi ustrezni postopki.

2. Priprava laboratorijskega vzorca

Celoten sestavljeni vzorec se drobno zmelje (kjer je to ustrezno) in dobro premeša po postopku, s katerim se dokazano doseže popolna homogenizacija.

3. Razdelitev vzorcev za namene izvršbe in prepovedi

Referenčni vzorci za izvršbo, trženje (prepoved) in sodne namene se vzamejo iz homogeniziranega materiala, če to ni v nasprotju z nacionalnimi predpisi o vzorčenju držav članic.

4. Analitska metoda, ki jo uporablja laboratorij in pogoji laboratorijskega nadzora**4.1 Opredelitve pojmov**

V nadaljevanju so navedene splošne opredelitve pojmov, ki jih mora laboratorij upoštevati:

r = ponovljivost, vrednost, pod katero lahko z določeno verjetnostjo (značilna 95 %) pričakujemo absolutno razliko med rezultati dveh posameznih preskusov, pridobljenih pod ponovljivimi pogoji (t. j. isti vzorec, isti izvajalec, ista aparaturna, isti laboratorij in kratek časovni razmik), in zato je $r = 2,8 \times s_r$.

s_r = standardni odmik, izračunan iz rezultatov, dobljenih pri pogojih ponovljivosti.

RSD_r = relativni standardni odmik, izračunan iz rezultatov, dobljenih pri pogojih ponovljivosti $[(s_r/\bar{x}) \times 100]$, pri čemer \bar{x} je povprečje rezultatov vseh laboratorijev in vzorcev.

R = obnovljivost, vrednost, pod katero lahko z določeno verjetnostjo (značilna 95 %) pričakujemo absolutno razliko med rezultati posameznih preskusov, dobljenih pod pogoji obnovljivosti (npr. identični material, različni izvajalci, različni laboratoriji, z uporabo standardne preskusne metode), $R = 2,8 \times s_R$.

s_R = standardni odmik, izračunan iz rezultatov, dobljenih pri pogojih obnovljivosti.

RSD_R = relativni standardni odmik, izračunan iz rezultatov, dobljenih pri pogojih obnovljivosti $[(s_R/\bar{x}) \times 100]$.

$HORRAT_r$ = ugotovljeni RSD_r , deljen z vrednostjo RSD_r , ki je ocenjena s Horowitzovo enačbo, s podmeno, da je $r = 0,66R$.

$HORRAT_R$ = ugotovljena vrednost RSD_R , deljena z vrednostjo RSD_R , izračunano iz Horowitzove enačbe (2).

U = razširjena negotovost, kar pri količniku zajetja 2 daje približno 95 % stopnjo zaupanja.

4.2 Splošne zahteve

Analitske metode za nadzor nad živilni morajo biti v skladu z določbami točk 1 in 2 Priloge k Direktivi Sveta 85/591/EGS z dne 20. decembra 1985 o uvedbi metod Skupnosti za vzorčenje in analize za spremljanje in nadzor nad živilni, namenjenih za prehrano ljudi.

4.3 Posebne zahteve

Če posebne metode za določanje kositra v živilih v pločevinkah niso predpisane na ravni Skupnosti, laboratoriji lahko izberejo katero koli validirano metodo pod pogojem, da izbrana metoda izpolnjuje izvedbena merila iz preglednice 2. Validacija naj po možnosti vključuje certificiran referenčni material.

Preglednica 2

Izvedbena merila za analitske metode kositra

Parameter	Vrednost/opomba
Uporaba	Živila, navedena v Uredbi (ES) 242/2004
Meja detekcije	Ne več kakor 5 mg/kg
Meja določanja	Ne več kakor 10 mg/kg
Natančnost	Vrednosti HORRAT _r ali HORRAT _R manj kakor 1,5 v medlaboratorijskih primerjalnih shemah
Izkoristek	80-105 % (kakor je navedeno v medlaboratorijskih primerjalnih shemah)
Specifičnost	Brez matričnih ali spektralnih interferenc

4.3.1 Izvedbena merila - Pristop funkcije negotovosti

Vendar pa se lahko pristop negotovosti uporablja za oceno primernosti analitske metode, ki jo laboratorij uporablja. Laboratorij lahko uporabi metodo, ki bo dala rezultate v okviru najvišje standardne negotovosti. Najvišja standardna negotovost se lahko izračuna z uporabo naslednje formule:

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

pri čemer je:

U_f najvišja standardna negotovost

LOD meja detekcije metode

C izbrana koncentracija.

Če analitska metoda daje rezultate z merilnimi negotovostmi, ki so nižji od najvišjega standarda negotovosti, je metoda enako primerna kakor tista metoda, ki izpolnjuje izvedbena merila iz preglednice 2.

4.4 Izračun izkoristka in sporočanje rezultatov

O rezultatu analize je treba poročati, če je izkoristek pravilen ali nepravilen. Poročati je treba o načinu poročanja in o ravni izkoristka. Rezultat analize z upoštevanjem korekcije za izkoristek služi za preverjanje skladnosti (glej Prilogo I, točko 5).

Analitik mora upoštevati „Harmonised Guidelines for the Use of Recovery Information in Analytical Measurement“ (Harmonizirane smernice za uporabo podatkov izkoristka pri analitskih meritvah) (3), ki jih je pripravil IUPAC/ISO/AOAC. Te smernice so v pomoč pri določanju faktorjev izkoristka.

O rezultatu analize se poroča kot $x \pm U$, pri čemer pomeni x rezultat analize in U merilna negotovost.

4.5 Standardi kakovosti za laboratorije

Laboratoriji morajo ravnati v skladu z Direktivo Sveta 93/99/EGS z dne 29. oktobra 1993 o dodatnih ukrepih v zvezi z uradnim nadzorom nad živilni.

4.6 Drugi dejavniki v zvezi z analizo

Preskušanje strokovnosti

Sodelovanje pri ustreznih shemah za preskus strokovnosti, ki so v skladu z „International Harmonised Protocol for the Proficiency Testing of (Chemical) Analytical Laboratories“ (Mednarodnim harmoniziranim protokolom za preskušanje strokovnosti (kemijskih) analitskih laboratorijev), (4) ki je bil pripravljen pod pokroviteljstvom IUPAC/ISO/AOAC.

Nekatere od teh shem posebej vključujejo določanje vsebnosti kositra v živilih, sodelovanje pri taki shemi se priporoča bolj kakor pri splošni shemi za določanje kovin v živilih.

Notranje obvladovanje kakovosti

Laboratoriji morajo biti sposobni dokazati, da so postopki za notranje obvladovanje kakovosti vzpostavljeni. Iz tega naslova se lahko navedejo „ISO/AOAC/IUPAC Guidelines on Internal Quality Control in Analytical Chemistry Laboratories“ (ISO/AOAC/IUPAC Smernice za notranje obvladovanje kakovosti v analitsko-kemijskih laboratorijih)(5)

Priprava vzorca

Paziti je treba, da se ves kositer v vzorcu prenese v raztopino za analizo. Zlasti se priznava, da mora biti postopek za raztopitev vzorca tak, da nobena vrsta hidroliziranega SnIV ni oborjena (to pomeni vrste, kot so kositrov oksid SnO_2 , Sn(OH)_4 , $\text{SnO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$).

Vzorci se pripravijo v 5 mol/l HCl. Vendar pa SnCl_4 hitro izhlapi, zato naj raztopine ne zavrejo.

VIRI

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, 67A - 76A.
 3. ISO/AOAC/IUPAC Harmonised Guidelines for the Use of Recovery Information in Analytical Measurement. Uredili Michael Thompson, Steven L R Ellison, Aleš 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, Uredili M Thompson and R Wood, Pure Appl. Chem., 1993, 65, 2123-2144 (Objavljeno tudi v J. AOAC International, 1993, 76, 926).
 5. ISO/AOAC/IUPAC International Harmonised Guidelines for Internal Quality Control in Analytical Chemistry Laboratories, Uredili M Thompson and R Wood, Pure Appl. Chem., 1995, 67, 649-666.
-