

32004L0016

13.2.2004

JURNALUL OFICIAL AL UNIUNII EUROPENE

L 42/16

DIRECTIVA 2004/16/CE A COMISIEI
din 12 februarie 2004
de stabilire a metodelor de prelevare de probe și a metodelor de analiză pentru controlul oficial
al nivelului de staniu din alimentele conservate
(Text cu relevanță pentru SEE)

COMISIA COMUNITĂȚILOR EUROPENE,

vederea exercitărea unei căi de atac sau arbitraj, se aplică
normele de drept intern.

având în vedere Tratatul de instituire a Comunității Europene,

având în vedere Directiva 85/591/CEE a Consiliului din 20 decembrie 1985 privind introducerea unor metode comunitare de prelevare de probe și de analiză pentru controlul produselor alimentare destinate consumului uman ⁽¹⁾, astfel cum a fost modificată ultima dată prin Regulamentul (CE) nr. 1882/2003 al Parlamentului European și al Consiliului ⁽²⁾, în special articolul 1,

- (4) Dispozițiile referitoare la metodele de prelevare de probe și de analiză sunt stabilite pe baza cunoștințelor actuale și pot fi adaptate pentru luarea în considerare a progreselor științifice și tehnologice. Metodele de analiză a nivelului total de staniu sunt adecvate controlului staniului anorganic. Eventuala prezență a unor forme de staniu organic este considerată neglijabilă în raport cu nivelul maxim stabilit pentru staniul anorganic.

întrucât:

- (1) Regulamentul (CE) nr. 466/2001 al Comisiei din 8 martie 2001 de stabilire a nivelurilor maxime pentru anumiți contaminanți din produsele alimentare ⁽³⁾, astfel cum a fost modificat ultima dată prin Regulamentul (CE) nr. 242/2004 ⁽⁴⁾, stabilește limitele maxime pentru staniul anorganic din alimentele conservate și face trimitere la măsurile de stabilire a metodelor de prelevare de probe și de analiză care urmează a fi utilizate.
- (2) Directiva 93/99/CEE a Consiliului din 29 octombrie 1993 privind măsurile suplimentare referitoare la controlul oficial al produselor alimentare ⁽⁵⁾, astfel cum a fost modificată prin Regulamentul (CE) nr. 1882/2003, introduce un sistem de standarde de calitate pentru laboratoarele desemnate de statele membre să efectueze controlul oficial al produselor alimentare.
- (3) Este necesar să se stabilească criteriile generale pe care trebuie să le respecte metodele de analiză pentru a asigura aplicarea de către laboratoarele autorizate să efectueze controale a metodelor de analiză cu niveluri de performanță comparabile. De asemenea, este de o importanță majoră ca rezultatele analizelor să fie raportate și interpretate în mod unitar pentru a se asigura aplicarea armonizată pe teritoriul Uniunii Europene. Aceste norme de interpretare se aplică la rezultatele analitice obținute pe probele destinate controlului oficial. În cazul unor analize în

- (5) Măsurile prevăzute de prezenta directivă sunt conforme cu avizul Comitetului permanent pentru lanțul alimentar și sănătatea animală,

ADOPTĂ PREZENTA DIRECTIVĂ:

Articolul 1

Statele membre adoptă toate măsurile necesare pentru a asigura că prelevarea de probe pentru controlul oficial al nivelului de staniu din alimente se desfășoară în conformitate cu metodele descrise în anexa I la prezenta directivă.

Articolul 2

Statele membre adoptă toate măsurile necesare pentru a asigura că pregătirea probei și metodele de analiză utilizate pentru controlul oficial al nivelului de staniu din alimente sunt conforme cu criteriile descrise în anexa II la prezenta directivă.

Articolul 3

Statele membre pun în aplicare actele cu putere de lege și actele administrative necesare pentru a se conforma prezentei directive până la 31 decembrie 2004. Statele membre transmit de îndată Comisiei textele acestor acte, precum și tabelul de corespondență dintre acte și prezenta directivă.

Atunci când statele membre adoptă aceste acte, ele conțin o trimitere la prezenta directivă sau sunt însoțite de o asemenea trimitere la data publicării lor oficiale. Statele membre stabilesc modalitatea de efectuare a acestei trimiteri.

⁽¹⁾ JO L 372, 31.12.1985, p. 50.

⁽²⁾ JO L 284, 31.10.2003, p. 1.

⁽³⁾ JO L 77, 16.3.2001, p. 1.

⁽⁴⁾ JO L 42, 13.2.2004, p. 3.

⁽⁵⁾ JO L 290, 24.11.1993, p. 14.

Articolul 4

Prezenta directivă intră în vigoare în a douăzecea zi de la data publicării în *Jurnalul Oficial al Uniunii Europene*.

Prezenta directivă se adresează statelor membre.

Adoptată la Bruxelles, 12 februarie 2004.

Pentru Comisie
David BYRNE
Membru al Comisiei

ANEXA I

**METODELE DE PRELEVARE A PROBELOR PENTRU CONTROLUL OFICIAL
AL NIVELULUI DE STANIU DIN PRODUSELE ALIMENTARE CONSERVATE****1. Obiectul și domeniul de aplicare**

Probele destinate controlului oficial al nivelului de staniu din produse alimentare conservate se prelevează în conformitate cu metodele descrise mai jos. Totalitatea probelor astfel obținute sunt considerate reprezentative pentru loturi. Respectarea nivelului maxim stabilit de Regulamentul (CE) nr. 466/2001 al Comisiei se face pe baza nivelului determinat pe probele de laborator.

2. Definiții

Lot: o cantitate identificabilă dintr-un produs alimentar livrat la o anumită dată și în legătură cu care responsabilul oficial a stabilit că prezintă caracteristici comune, precum originea, varietatea, tipul ambalajului, ambalatorul, expeditorul sau marcajele.

Sublot: partea desemnată dintr-un lot în vederea aplicării metodei de prelevare a probei pe partea desemnată. Fiecare sublot trebuie să fie separat fizic și identificabil.

Probă elementară: cantitatea de material prelevată dintr-un singur punct al lotului sau sublotului.

Probă globală: totalizarea tuturor probelor elementare prelevate dintr-un lot sau sublot.

Probă de laborator: probă prelevată pentru laborator.

3. Dispoziții generale**3.1. Personalul**

Prelevarea se efectuează de către o persoană autorizată, în conformitate cu dispozițiile în vigoare ale statelor membre.

3.2. Produsul din care se prelevează probe

Din fiecare lot care urmează a fi analizat se prelevează probe separate.

3.3. Precauții necesare

În cursul prelevării și pregătirii probelor se adoptă măsuri de precauție pentru a se evita orice modificări de natură să afecteze nivelul de staniu sau analizele și reprezentativitatea probelor globale.

3.4. Probele elementare

Pe cât posibil, probele elementare se prelevează din puncte diferite ale lotului sau sublotului. Abaterile de la această procedură se înregistrează în procesul-verbal.

3.5. Pregătirea probei globale

Proba globală se obține prin unificarea tuturor probelor elementare. Omogenizarea acesteia se efectuează în laborator.

3.6. Probele de laborator duble

Probele de laborator duble destinate controlului, exercitării unei căi de atac și arbitrajului se prelevează din proba globală omogenizată, numai dacă acest lucru nu contravine normelor de prelevare în vigoare în statele membre.

3.7. Ambalarea și expedierea probelor

Fiecare probă se introduce într-un recipient curat, construit dintr-un material inert, care să ofere protecție corespunzătoare împotriva riscurilor de contaminare și deteriorare pe durata transportului. Se adoptă toate măsurile de precauție pentru a se evita orice modificări ale probei din punct de vedere al compoziției care ar putea surveni în timpul transportului sau depozitării.

3.8. Sigilarea și etichetarea probelor

Fiecare probă oficială se sigilează la locul prelevării și se identifică în conformitate cu prevederile în vigoare în statul membru respectiv.

Se întocmește un proces-verbal pentru fiecare prelevare de probe, astfel încât să se poată identifica în mod clar lotul din care s-au prelevat probe, cu precizarea datei și a locului prelevării și cu furnizarea oricăror informații suplimentare, utile pentru analist.

4. Planurile de prelevare a probelor

Metoda de prelevare aplicată trebuie să asigure că proba globală este reprezentativă pentru lotul verificat.

4.1. Numărul de probe elementare

În tabelul 1 se prevede numărul minim de probe elementare care trebuie prelevate din cutiile de conserve dintr-un lot. Probele elementare prelevate din fiecare cutie de conserve trebuie să aibă aceeași greutate și să constituie apoi o probă globală (a se vedea punctul 3.5).

Tabelul 1

Numărul de cutii de conserve (probe elementare) care se prelevează pentru constituirea probei globale

Numărul de cutii de conserve ale lotului sau sublotului	Numărul de cutii de conserve prelevate
1-25	cel puțin o cutie de conserve
26-100	cel puțin două cutii de conserve
> 100	cinci cutii de conserve

De remarcat că nivelurile maxime se aplică fiecărei cutii de conserve, dar pentru fezabilitatea testării este necesară utilizarea probei globale. În cazul în care rezultatul testării probei globale este inferior dar apropiat de nivelul maxim și dacă se consideră că anumite cutii de conserve pot depăși nivelul maxim, atunci sunt necesare analize suplimentare.

4.2. Prelevarea de probe în etapa comerțului cu amănuntul

Prelevarea de probe de produse alimentare în etapa comerțului cu amănuntul se efectuează, pe cât posibil, în conformitate cu prevederile de prelevare menționate. În cazul în care acest lucru nu este posibil, se pot utiliza alte proceduri de prelevare eficiente în stadiul comerțului cu amănuntul, cu condiția ca acestea să asigure o reprezentativitate suficientă pentru lotul din care s-au prelevat probe.

5. Conformitatea lotului cu specificațiile

În vederea controlului, laboratorul efectuează cel puțin două analize independente față de proba de laborator și calculează media rezultatelor.

Lotul este acceptat dacă media nu depășește nivelul maxim respectiv [stabilit de Regulamentul (CE) nr. 466/2001], ținând seama de incertitudinea măsurării și corecția de recuperare necesară.

Se consideră că lotul nu este conform cu nivelul maxim [conform Regulamentului (CE) 466/2001] în cazul în care valoarea medie depășește în mod incontestabil nivelul maxim, ținând seama de incertitudinea măsurării și de corecția pentru recuperare necesară.

ANEXA II

PREGĂTIREA PROBELOR ȘI CRITERIILE APLICABILE METODELOR DE ANALIZĂ UTILIZATE PENTRU CONTROLUL OFICIAL AL NIVELULUI DE STANIU DIN ALIMENTELE CONSERVATE**1. Măsuri de precauție și considerații generale privind staniul**

Cerința esențială este obținerea unei probe de laborator reprezentative și omogene, fără introducerea unei contaminări secundare.

Analistul se asigură că probele nu se contaminatează în timpul pregătirii. Ori de câte ori este posibil, aparatele care vin în contact cu proba trebuie să fie fabricate din materiale inerte, de exemplu mase plastice, cum ar fi polipropilena, PTFE etc. Aceste aparate se curăță cu acid pentru a se reduce la maxim riscul de contaminare. Pentru tăiere se poate utiliza oțelul inoxidabil de calitate superioară.

La pregătirea materialului pentru testare se utilizează totalitatea probelor primite de laborator. Numai probele omogenizate foarte bine permit obținerea unor rezultate reproductibile.

Se pot utiliza numeroase procedee specifice de pregătire a probelor. Procedeele descrise în standardul CEN privind „Dozarea elementelor de trasabilitate – Criterii de performanță și considerații generale” sunt considerate satisfăcătoare (referința ¹⁾, dar și alte procedee pot fi la fel de valabile.

2. Tratarea probei primită de laborator

Proba globală completă este măcinată fin (după caz) și se amestecă prin utilizarea unui procedeu care asigură omogenizarea completă.

3. Subdivizarea probelor în vederea controlului și a exercitării unei căi de atac

Probele duble destinate controlului, exercitării unei căi de atac și arbitrajului se prelevează din materialul omogenizat, în afara cazului în care acest lucru contravine normelor de prelevare de probe din statele membre.

4. Metoda de analiză care trebuie utilizată de laborator și cerințele privind controlul de laborator**4.1. Definiții**

În cele de mai jos se prevăd câteva dintre definițiile comune cele mai utilizate pe care laboratorul are obligația să le aplice:

r = Repetabilitatea, valoarea sub care diferența absolută dintre rezultatele a două teste individuale obținute în condiții de repetabilitate (cu alte cuvinte, aceeași probă, același operator, aceeași aparatură, același laborator și un interval de timp scurt) se poate situa într-o limită de probabilitate specifică (de obicei 95 %); de unde $r = 2,8 \times s_r$.

s_r = Abaterea standard, calculată pe baza rezultatelor obținute în condiții de repetabilitate.

RSD_r = Abaterea standard relativă, calculată pe baza rezultatelor obținute în condiții de repetabilitate $[(s_r/\bar{X}) \times 100]$, unde \bar{X} reprezintă media rezultatelor pentru toate laboratoarele și probele.

R = Reproductibilitatea, valoarea sub care diferența absolută dintre rezultatele testelor individuale, obținute în condiții de reproductibilitate (adică pentru un material identic obținut de operatori din laboratoare diferite prin utilizarea metodei de testare standardizate) se poate situa la o anumită limită de probabilitate (de obicei 95 %); de unde $R = 2,8 \times s_R$.

s_R = Abaterea standard calculată pe baza rezultatelor obținute în condiții de reproductibilitate.

RSD_R = Abaterea standard relativă calculată din rezultatele obținute în condiții de reproductibilitate $[(s_R/\bar{X}) \times 100]$.

$HORRAT_r$ = RSD_r observată, divizată la valoarea RSD_r estimată pe baza ecuației lui Horwitz presupunând că $r = 0,66R$.

$HORRAT_R$ = valoarea RSD_R observată împărțită la RSD_R valoare calculată pe baza ecuației lui Horwitz (referința 2).

U = incertitudinea extinsă prin utilizarea unui factor de extindere de 2, care conferă un nivel de încredere de circa 95 %.

4.2. *Cerințe generale*

Metodele de analiză utilizate pentru controlul alimentelor trebuie să fie conforme cu dispozițiile de la punctele (1) și (2) din anexa la Directiva 85/591/CEE a Consiliului din 20 decembrie 1985 privind introducerea metodelor comunitare de prelevare de probe și de analiză pentru controlul produselor alimentare destinate consumului uman.

4.3. *Cerințe specifice*

În cazul în care la nivel comunitar nu există metode specifice de stabilire a nivelului de staniu din alimentele conservate, laboratoarele pot alege orice metodă validată, cu condiția ca aceasta să îndeplinească criteriile de performanță prevăzute de tabelul 2. Optim ar fi ca validarea să includă un material de referință certificat.

Tabelul 2

Criterii de performanță ale metodelor de analiză a staniului

Parametrul	Valoarea/comentariu
Aplicabilitatea	Alimentele specificate în Regulamentul (CE) nr. 242/2004
Limita detecției	Maximum 5 mg/kg
Limita cuantificării	Maximum 10 mg/kg
Precizia	Valori HORRAT _r sau HORRAT _R mai mici de 1,5 din proba de validare colectivă
Recuperarea	80-105 % (după cum indică proba colectivă)
Specificitatea	Fără interferențe matriceale sau spectrale

4.3.1. *Criterii de performanță – Metoda funcției incertitudinii*

Totuși, se poate utiliza și metoda incertitudinii pentru evaluarea adecvării metodei de analiză utilizate în laborator. Laboratorul poate utiliza o metodă care să producă rezultate cu o incertitudine standard maximă. Incertitudinea standard maximă poate fi calculată cu ajutorul următoarei formule:

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

unde:

U_f este incertitudinea standard maximă

LOD este limita de detecție a metodei

C este concentrația care prezintă interes

În cazul în care metoda de analiză dă rezultate cu măsurări de incertitudine inferioare incertitudinii standard maxime, metoda este la fel de valabilă ca și cea care satisface criteriile de performanță indicate la tabelul 2.

4.4. *Calculul nivelului de recuperare și înregistrarea rezultatelor*

Rezultatul analitic se înregistrează în forma corectată sau necorectată, pentru recuperare. Este obligatoriu să se înregistreze metoda de înregistrare și nivelul de recuperare. Rezultatul analizei corectat pentru recuperare este utilizat pentru verificarea conformității (a se vedea anexa I, punctul 5).

Analistul trebuie să țină seama de „Orientările armonizate pentru utilizarea informațiilor privind recuperarea din măsurările analitice” (referința 3) elaborate de IUPAC/ISO/AOAC. Aceste orientări sunt utile pentru determinarea factorilor de recuperare.

Rezultatul analitic se înregistrează ca $x \pm U$, unde x este rezultatul analitic și U incertitudinea măsurării.

4.5. *Standarde de calitate pentru laboratoare*

Laboratoarele trebuie să fie conforme cu Directiva 93/99/CEE a Consiliului din 29 octombrie 1993 privind măsurile suplimentare referitoare la controlul oficial al produselor alimentare.

4.6. Alte considerații privind analiza

Testarea eficacității

Pentru aceasta este necesară participarea la programe adecvate de testare a eficacității conforme cu „Protocolul internațional armonizat privind testarea eficacității laboratoarelor de analize (chimice)” (referința 4), realizat sub auspiciile IUPAC/ISO/AOAC.

Unele dintre aceste programe includ în mod expres stabilirea nivelului de staniu din alimente, fiind de preferat participarea la un astfel de program și nu la un program de stabilire a nivelului de metale din alimente.

Controlul intern al calității

Laboratoarele trebuie să poată dovedi că aplică proceduri de control intern al calității. Un exemplu în acest sens îl constituie „Orientările ISO/AOAC/IUPAC privind controlul intern al calității în laboratoarele de analize chimice” (referința 5).

Pregătirea probei

Trebuie avut grijă ca întreaga cantitate de staniu din probă să fie introdusă în soluție, în vederea analizării. Se recunoaște, în special, că procedura de dizolvare a probei nu trebuie să permită precipitarea substanțelor SnIV hidrolizate [adică substanțe precum SnO_2 , $\text{Sn}(\text{OH})_4$, $\text{SnO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$].

Probele preparate se păstrează în 5 mol/l HCl. Cu toate acestea, SnCl_4 se volatilizează ușor și, în consecință, soluțiile nu se aduc la punctul de fierbere.

REFERINȚE

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. 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 (Publicat, de asemenea, în *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.
-