

## ΟΔΗΓΙΑ 2004/16/ΕΚ ΤΗΣ ΕΠΙΤΡΟΠΗΣ

της 12ης Φεβρουαρίου 2004

για την καθιέρωση τρόπων δειγματοληψίας και μεθόδων ανάλυσης για τον επίσημο έλεγχο των μέγιστων περιεκτικοτήτων κασσίτερου σε κονσέρβες τροφίμων

(Κείμενο που παρουσιάζει ενδιαφέρον για τον ΕΟΧ)

Η ΕΠΙΤΡΟΠΗ ΤΩΝ ΕΥΡΩΠΑΪΚΩΝ ΚΟΙΝΟΤΗΤΩΝ,

Έχοντας υπόψη:

τη συνθήκη για την ίδρυση της Ευρωπαϊκής Κοινότητας,

την οδηγία 85/591/ΕΟΚ του Συμβουλίου, της 20ής Δεκεμβρίου 1985, για τη καθιέρωση κοινοτικών τρόπων δειγματοληψίας και μεθόδων ανάλυσης για τον έλεγχο των τροφίμων <sup>(1)</sup>, όπως τροποποιήθηκε τελευταία από τον κανονισμό (ΕΚ) αριθ. 1882/2003 <sup>(2)</sup>, και ιδίως το άρθρο 1,

Εκτιμώντας τα ακόλουθα:

- (1) Ο κανονισμός (ΕΚ) αριθ. 466/2001 της Επιτροπής, της 8ης Μαρτίου 2001, για τον καθορισμό μέγιστων τιμών ανοχής για ορισμένες προσμείξεις στα τρόφιμα <sup>(3)</sup>, όπως τροποποιήθηκε τελευταία από τον κανονισμό (ΕΚ) αριθ. 242/2004 της Επιτροπής <sup>(4)</sup> ορίζει τα ανώτατα όρια ανοχής για τον ανόργανο κασσίτερο σε κονσέρβες τροφίμων και αναφέρεται σε μέτρα για τον καθορισμό των τρόπων δειγματοληψίας και των μεθόδων ανάλυσης που πρέπει να χρησιμοποιούνται.
- (2) Η οδηγία 93/99/ΕΟΚ του Συμβουλίου, της 29ης Οκτωβρίου 1993, σχετικά με τα πρόσθετα μέτρα που αφορούν τον επίσημο έλεγχο των τροφίμων <sup>(5)</sup>, όπως τροποποιήθηκε τελευταία από τον κανονισμό (ΕΚ) αριθ. 1882/2003, θεσπίζει ένα σύστημα προτύπων ποιότητας για τα εργαστήρια στα οποία ανατίθεται από τα κράτη μέλη ο επίσημος έλεγχος των τροφίμων.
- (3) Είναι αναγκαίο να καθοριστούν τα γενικά κριτήρια, στα οποία πρέπει να ανταποκρίνονται οι μέθοδοι ανάλυσης, προκειμένου τα εργαστήρια τα οποία είναι επιφορτισμένα με τη διεξαγωγή των ελέγχων να χρησιμοποιούν μεθόδους ανάλυσης συγκρίσιμου επιπέδου επιδόσεων. Είναι επίσης εξαιρετικά σημαντικό η αναφορά και η ερμηνεία των αποτελεσμάτων των αναλύσεων να γίνονται με ομοιόμορφο τρόπο, έτσι ώστε να εξασφαλίζεται η εναρμόνιση των μέτρων ελέγχου εφαρμογής της νομοθεσίας σε ολόκληρη την Ευρωπαϊκή Ένωση. Οι εν λόγω ερμηνευτικοί κανόνες εφαρμόζονται στο αποτέλεσμα της ανάλυσης που πραγματοποιείται στο δείγμα που λαμβάνεται για επίσημο έλεγχο. Στην περίπτωση αναλύσεων που πραγματοποιούνται για σκοπούς δικαιώματος προσφυγής ή διαίτησας, εφαρμόζονται οι εθνικοί κανόνες.

- (4) Οι διατάξεις που αφορούν τη δειγματοληψία και τις μεθόδους ανάλυσης συντάσσονται βάσει των υφιστάμενων γνώσεων και μπορούν να αναπροσαρμοστούν ώστε να λαμβάνουν υπόψη την εξέλιξη των επιστημονικών και τεχνικών γνώσεων. Οι μέθοδοι ανάλυσης για τον ολικό κασσίτερο είναι κατάλληλες για ελέγχους για ανόργανο κασσίτερο. Η πιθανή παρουσία οργανικών μορφών κασσίτερου θεωρούνται αμελητέες σε σύγκριση με τις καθορισμένες μέγιστες τιμές ανοχής για τον ανόργανο κασσίτερο.
- (5) Τα μέτρα που προβλέπονται στην παρούσα οδηγία είναι σύμφωνα με τη γνώμη της μόνιμης επιτροπής για την τροφική αλυσίδα και την υγεία των ζώων,

ΕΞΕΔΩΣΕ ΤΗΝ ΠΑΡΟΥΣΑ ΟΔΗΓΙΑ:

## Άρθρο 1

Τα κράτη μέλη λαμβάνουν όλα τα αναγκαία μέτρα ώστε να εξασφαλίζεται ότι οι δειγματοληψίες για τον επίσημο έλεγχο των μέγιστων περιεκτικοτήτων σε κασσίτερο στα τρόφιμα πραγματοποιούνται σύμφωνα με τις μεθόδους που περιγράφονται στο παράρτημα Ι της παρούσας οδηγίας.

## Άρθρο 2

Τα κράτη μέλη λαμβάνουν όλα τα αναγκαία μέτρα ώστε να εξασφαλίζεται ότι η παρασκευή των δειγμάτων και η χρησιμοποιούμενη μέθοδος ανάλυσης για τον επίσημο έλεγχο των μέγιστων περιεκτικοτήτων σε κασσίτερο στα τρόφιμα να ανταποκρίνονται στα κριτήρια που περιγράφονται στο παράρτημα ΙΙ της παρούσας οδηγίας.

## Άρθρο 3

Τα κράτη μέλη θεσπίζουν τις αναγκαίες νομοθετικές, κανονιστικές και διοικητικές διατάξεις προκειμένου να συμμορφωθούν με την παρούσα οδηγία το αργότερο έως τις 31 Δεκεμβρίου 2004. Ανακοινώνουν αμέσως στην Επιτροπή το κείμενο των εν λόγω διατάξεων καθώς και τον πίνακα αντιστοιχίας μεταξύ αυτών των διατάξεων και της παρούσας οδηγίας.

Όταν τα κράτη μέλη θεσπίζουν τις εν λόγω διατάξεις, οι τελευταίες αυτές περιέχουν παραπομπή στην παρούσα οδηγία ή συνοδεύονται από παρόμοια παραπομπή κατά την επίσημη δημοσίευσή τους. Ο τρόπος της παραπομπής καθορίζεται από τα κράτη μέλη.

<sup>(1)</sup> ΕΕ L 372 της 31.12.1985, σ. 50.<sup>(2)</sup> ΕΕ L 284 της 31.10.2003, σ. 1.<sup>(3)</sup> ΕΕ L 77 της 16.3.2001, σ. 1.<sup>(4)</sup> Βλέπε σελίδα 3 της παρούσας Επίσημης Εφημερίδας.<sup>(5)</sup> ΕΕ L 290 της 24.11.1993, σ. 14.

*Άρθρο 4*

Η παρούσα απόφαση τίθεται σε ισχύ την εικοστή ημέρα από τη δημοσίευσή της στην *Επίσημη Εφημερίδα της Ευρωπαϊκής Ένωσης*.

Η παρούσα οδηγία απευθύνεται στα κράτη μέλη.

Βρυξέλλες, 12 Φεβρουαρίου 2004.

Για την Επιτροπή  
David BYRNE  
Μέλος της Επιτροπής

---

## ΠΑΡΑΡΤΗΜΑ Ι

## ΤΡΟΠΟΙ ΔΕΙΓΜΑΤΟΛΗΨΙΑΣ ΓΙΑ ΤΟΝ ΕΠΙΣΗΜΟ ΕΛΕΓΧΟ ΤΩΝ ΜΕΓΙΣΤΩΝ ΠΕΡΙΕΚΤΙΚΟΤΗΤΩΝ ΣΕ ΚΑΣΣΙΤΕΡΟ ΣΕ ΚΟΝΣΕΡΒΕΣ ΤΡΟΦΙΜΩΝ

## 1. Αντικείμενο και πεδίο εφαρμογής

Τα δείγματα που προορίζονται για τους επίσημους ελέγχους της περιεκτικότητας σε κασσίτερο στα τρόφιμα, λαμβάνονται σύμφωνα με τις λεπτομέρειες που αναφέρονται κατωτέρω. Τα συνολικά δείγματα που λαμβάνονται κατά τον τρόπο αυτό θεωρούνται ως αντιπροσωπευτικά των παρτίδων. Η συμμόρφωση των παρτίδων όσον αφορά τις μέγιστες περιεκτικότητες που καθορίζονται στον κανονισμό (ΕΚ) αριθ. 466/2001 προσδιορίζεται σε συνάρτηση με τις περιεκτικότητες που διαπιστώνονται στα εργαστηριακά δείγματα.

## 2. Ορισμοί

Παρτίδα:	Η εκάστοτε παραδιδόμενη προσδιορίσιμη ποσότητα τροφίμου, για την οποία έχει διευκρινιστεί από τον αρμόδιο ότι παρουσιάζει κοινά χαρακτηριστικά, όπως είναι η προέλευση, η ποικιλία, το είδος συσκευασίας, ο συσκευαστής, ο αποστολέας ή η σήμανση.
Υποπαρτίδα:	Τμήμα μεγάλης παρτίδας που έχει οριστεί για την εφαρμογή του τρόπου δειγματοληψίας στο εν λόγω ορισθέν τμήμα. Κάθε υποπαρτίδα πρέπει να διαχωρίζεται φυσικά και να είναι προσδιορίσιμη.
Στοιχειώδες δείγμα:	Ποσότητα υλικού που λαμβάνεται από ένα μόνο σημείο της παρτίδας ή της υποπαρτίδας.
Συνολικό δείγμα:	Το συνδυασμένο σύνολο όλων των στοιχειωδών δειγμάτων που έχουν ληφθεί από την παρτίδα ή την υποπαρτίδα.
Εργαστηριακό δείγμα:	Δείγμα που προορίζεται για το εργαστήριο.

## 3. Γενικές διατάξεις

## 3.1. Προσωπικό

Η δειγματοληψία πρέπει να πραγματοποιείται από επιφορτισμένο για το σκοπό αυτό άτομο, σύμφωνα με τις ισχύουσες στο κράτος μέλος διατάξεις.

## 3.2. Προϊόν από το οποίο λαμβάνονται δείγματα

Κάθε προς ανάλυση παρτίδα αποτελεί αντικείμενο ξεχωριστής δειγματοληψίας.

## 3.3. Μέτρα προφύλαξης που πρέπει να λαμβάνονται

Κατά τη διάρκεια της δειγματοληψίας και της προετοιμασίας των δειγμάτων, πρέπει να λαμβάνονται προφυλάξεις ώστε να αποφεύγεται οιαδήποτε αλλοίωση, η οποία μπορεί να τροποποιήσει την περιεκτικότητα σε κασσίτερο, να επηρεάσει αρνητικά τις αναλύσεις ή την αντιπροσωπευτικότητα του συνολικού δείγματος.

## 3.4. Στοιχειώδη δείγματα

Στο μέτρο του δυνατού, πρέπει να λαμβάνονται στοιχειώδη δείγματα σε διαφορετικά σημεία της παρτίδας ή της υποπαρτίδας. Κάθε παρέκκλιση από τον κανόνα αυτόν πρέπει να επισημαίνεται στα πρακτικά.

## 3.5. Παρασκευή του συνολικού δείγματος

Το συνολικό δείγμα αποτελείται από τη συνένωση όλων των στοιχειωδών δειγμάτων. Αυτό το συνολικό δείγμα ομογενοποιείται στο εργαστήριο.

## 3.6. Όμοια εργαστηριακά δείγματα

Τα όμοια εργαστηριακά δείγματα που προορίζονται για μέτρα ελέγχου εφαρμογής της νομοθεσίας, για άσκηση προσφυγής, ή για λόγους διατησίας λαμβάνονται από το ομογενοποιημένο συνολικό δείγμα υπό τον όρο ότι η διαδικασία αυτή είναι σύμφωνη προς τις ισχύουσες νόμιμες διατάξεις στο κράτος μέλος.

## 3.7. Συσκευασία και αποστολή των δειγμάτων

Κάθε δείγμα εργαστηρίου τίθεται σε καθαρό περιέκτη, από αδρανή ύλη, ο οποίος παρέχει την κατάλληλη προστασία του δείγματος από οποιοδήποτε παράγοντα επιμόλυνσης και από οποιαδήποτε βλάβη που μπορεί να προκύψει κατά τη διάρκεια της μεταφοράς. Πρέπει να λαμβάνονται επίσης όλες οι αναγκαίες προφυλάξεις για να αποτραπεί κάθε αλλοίωση της σύνθεσης του εργαστηριακού δείγματος, η οποία μπορεί να επέλθει κατά τη διάρκεια της μεταφοράς ή της αποθήκευσης.

### 3.8. Σφράγιση και σήμανση των δειγμάτων

Κάθε επίσημο δείγμα σφραγίζεται στον τόπο της δειγματοληψίας και επισημαίνεται με κωδικό ταυτότητας σύμφωνα με τις ισχύουσες στο κράτος μέλος διατάξεις.

Για κάθε δειγματοληψία, πρέπει να συντάσσονται πρακτικά δειγματοληψίας, τα οποία καθιστούν δυνατή την αναγνώριση, χωρίς αμφισβήτηση, της παρτίδας από την οποία έχει ληφθεί το δείγμα, και πρέπει να αναγράφεται η ημερομηνία και ο τόπος δειγματοληψίας καθώς και κάθε άλλη συμπληρωματική πληροφορία, η οποία μπορεί να αποβεί χρήσιμη για τον αναλυτή.

## 4. Προγράμματα δειγματοληψίας

Ο τρόπος δειγματοληψίας που εφαρμόζεται πρέπει να εξασφαλίζει ότι το συνολικό δείγμα είναι αντιπροσωπευτικό της παρτίδας που πρόκειται να ελεγχθεί.

### 4.1. Αριθμός των στοιχειωδών δειγμάτων

Ο ελάχιστος αριθμός στοιχειωδών δειγμάτων που θα ληφθούν από κονσέρβες μιας παρτίδας είναι αυτός που αναφέρεται στον πίνακα 1. Τα στοιχειώδη δείγματα που θα ληφθούν από κάθε κονσέρβα πρέπει να έχουν παρόμοιο βάρος, που θα έχει ως αποτέλεσμα ένα συνολικό δείγμα (βλέπε σημείο 3.5).

Πίνακας 1

#### Αριθμός κονσερβών (στοιχειώδη δείγματα) που λαμβάνονται για τη διαμόρφωση του συνολικού δείγματος

Αριθμός κονσερβών στην παρτίδα ή την υποπαρτίδα	Αριθμός κονσερβών που πρέπει να ληφθούν
1 έως 25	1 κονσέρβα τουλάχιστον
26 έως 100	2 κονσέρβες τουλάχιστον
> 100	5 κονσέρβες

Σημειώστε ότι τα μέγιστα επίπεδα εφαρμόζονται στο περιεχόμενο κάθε κονσέρβας, αλλά για την εφικτότητα της δοκιμής είναι αναγκαίο να χρησιμοποιηθεί μια προσέγγιση συνολικής δειγματοληψίας. Αν το αποτέλεσμα της δοκιμής για το συνολικό δείγμα είναι χαμηλότερο αλλά κοντά στο μέγιστο επίπεδο και αν υπάρχουν υπόνοιες ότι μεμονωμένες κονσέρβες ενδέχεται να υπερβαίνουν το μέγιστο επίπεδο τότε ενδέχεται να είναι αναγκαίο να διεξαχθούν περαιτέρω έρευνες.

### 4.2. Δειγματοληψία στο στάδιο της λιανικής πώλησης

Η δειγματοληψία των τροφίμων στο στάδιο του λιανικού εμπορίου πρέπει να γίνεται όπου είναι δυνατόν σύμφωνα με τις παραπάνω διατάξεις δειγματοληψίας. Όταν αυτό δεν είναι δυνατό μπορούν να χρησιμοποιηθούν άλλες αποτελεσματικές διαδικασίες δειγματοληψίας στο στάδιο της λιανικής πώλησης, με την προϋπόθεση ότι διασφαλίζουν επαρκή αντιπροσωπευτικότητα της παρτίδας στην οποία πραγματοποιείται η δειγματοληψία.

## 5. Συμμόρφωση της παρτίδας ή της υποπαρτίδας με τις προδιαγραφές

Το εργαστήριο ελέγχου πρέπει να αναλύσει το εργαστηριακό δείγμα που προορίζεται για μέτρα ελέγχου εφαρμογής της νομοθεσίας τουλάχιστον σε δύο ανεξάρτητες αναλύσεις και να υπολογίζει το μέσο όρο των αποτελεσμάτων.

Η παρτίδα γίνεται αποδεκτή εάν ο μέσος όρος δεν υπερβαίνει την αντίστοιχη μέγιστη περιεκτικότητα [όπως ορίζεται στον κανονισμό (ΕΚ) αριθ. 466/2001], λαμβανομένης υπόψη της αβεβαιότητας της μέτρησης και της διόρθωσης για ανάκτηση.

Η παρτίδα δεν συμμορφώνεται με τη μέγιστη περιεκτικότητα [όπως ορίζεται στον κανονισμό (ΕΚ) αριθ. 466/2001], εάν ο μέσος όρος, αφού διορθωθεί για ανάκτηση, υπερβαίνει τη μέγιστη περιεκτικότητα πέρα από κάθε λογική αμφιβολία, λαμβανομένης υπόψη της αβεβαιότητας της μέτρησης και της διόρθωσης για ανάκτηση.

## ΠΑΡΑΡΤΗΜΑ II

## ΠΑΡΑΣΚΕΥΗ ΤΩΝ ΔΕΙΓΜΑΤΩΝ ΚΑΙ ΚΡΙΤΗΡΙΑ ΣΤΑ ΟΠΟΙΑ ΠΡΕΠΕΙ ΝΑ ΑΝΤΑΠΟΚΡΙΝΟΝΤΑΙ ΟΙ ΜΕΘΟΔΟΙ ΑΝΑΛΥΣΗΣ ΓΙΑ ΤΟΝ ΕΠΙΣΗΜΟ ΕΛΕΓΧΟ ΤΩΝ ΠΕΡΙΕΚΤΙΚΟΤΗΤΩΝ ΣΕ ΚΑΣΣΙΤΕΡΟ ΣΤΙΣ ΚΟΝΣΕΡΒΕΣ ΤΡΟΦΙΜΩΝ

## 1. Προφυλάξεις και γενικές εκτιμήσεις για τον κασσίτερο

Βασικός στόχος είναι να ληφθεί ένα αντιπροσωπευτικό και ομοιογενές εργαστηριακό δείγμα χωρίς να υπάρξει δευτερογενής επιμόλυνση.

Ο αναλυτής πρέπει να εξασφαλίσει ότι τα δείγματα δεν επιμολύνονται κατά τη διάρκεια της προετοιμασίας τους. Όπου είναι δυνατόν, όλος ο εξοπλισμός που έρχεται σε επαφή με το δείγμα πρέπει να είναι από αδρανές πλαστικό, π.χ. πολυπροπυλένιο, πολυτετραφθοροαιθυλένιο (PTFE) κ.λπ. και πρέπει να έχει καθαριστεί με οξύ ώστε να ελαχιστοποιούνται οι πιθανότητες επιμόλυνσης. Για τις κοπτικές ακμές μπορεί να χρησιμοποιείται υψηλής ποιότητας ανοξείδωτος χάλυβας.

Το σύνολο του δείγματος προϊόντος που παραλαμβάνεται στο εργαστήριο πρέπει να χρησιμοποιείται για την παρασκευή του υλικού που πρόκειται να εξεταστεί. Μόνον τα πολύ λεπτά ομογενοποιημένα δείγματα δίνουν αναπαραγώγιμα αποτελέσματα.

Υπάρχουν πολλές διαδικασίες παρασκευής δειγμάτων, που είναι δυνατόν να χρησιμοποιηθούν για τα συγκεκριμένα προϊόντα με ικανοποιητικό τρόπο. Αυτές που περιγράφονται στα πρότυπα CEN «Determination of trace elements — Performance criteria and general consideration» θεωρούνται ικανοποιητικές (παρ. 1), ενώ και άλλες μπορεί να είναι εξίσου έγκυρες.

## 2. Επεξεργασία του δείγματος που παραλαμβάνεται στο εργαστήριο

Το πλήρες συνολικό δείγμα συνθλίβεται σε λεπτομερή σωματίδια (εφόσον χρειάζεται) και αναμειγνύεται επιμελώς σύμφωνα με μια μέθοδο που εξασφαλίζει αποδεδειγμένα την πλήρη ομογενοποίηση.

## 3. Υποδιαίρεση των δειγμάτων για μέτρα ελέγχου εφαρμογής της νομοθεσίας και άσκηση προσφυγής

Τα όμοια δείγματα που προορίζονται για μέτρα ελέγχου εφαρμογής της νομοθεσίας, για άσκηση προσφυγής, ή για λόγους διατησίας, λαμβάνονται από το ομογενοποιημένο υλικό (συνολικό δείγμα), υπό τον όρο ότι διαδικασία αυτή είναι σύμφωνη προς τις ισχύουσες σχετικά με τη δειγματοληψία νόμιμες διατάξεις στο κράτος μέλος.

## 4. Μέθοδος ανάλυσης που πρέπει να χρησιμοποιείται από το εργαστήριο και απαιτήσεις σχετικά με τον έλεγχο του εργαστηρίου

## 4.1. Ορισμοί

Ορισμένοι από τους περισσότερο διαδεδομένους ορισμούς που πρέπει να χρησιμοποιούνται από τα εργαστήρια είναι οι ακόλουθοι:

$r$  = Επαναληψιμότητα, η τιμή κάτω από την οποία δύναται να αναμένεται ότι η απόλυτη διαφορά μεταξύ των αποτελεσμάτων δύο μεμονωμένων δοκιμών, που λαμβάνονται κάτω από συνθήκες επαναληψιμότητας (δηλαδή το ίδιο δείγμα, ο ίδιος χειριστής, ο ίδιος εξοπλισμός, το ίδιο εργαστήριο και μικρή χρονική απόσταση), βρίσκεται εντός των ορίων της ειδικής πιθανότητας (κατά κανόνα 95 %) και επομένως  $r = 2,8 \times s_r$ .

$s_r$  = Τυπική απόκλιση, υπολογιζόμενη με βάση τα ληφθέντα αποτελέσματα υπό συνθήκες επαναληψιμότητας.

$RSD_r$  = Σχετική τυπική απόκλιση, υπολογιζόμενη με βάση τα αποτελέσματα που ελήφθησαν υπό συνθήκες επαναληψιμότητας  $[(s_r/\bar{x} \times 100)]$ , όπου  $\bar{x}$  είναι ο μέσος όρος των αποτελεσμάτων για όλα τα εργαστήρια και δείγματα.

$R$  = Αναπαραγωγιμότητα: τιμή κάτω από την οποία δύναται να αναμένεται ότι η απόλυτη διαφορά μεταξύ των αποτελεσμάτων των μεμονωμένων δοκιμών, που ελήφθησαν υπό συνθήκες αναπαραγωγιμότητας (δηλαδή για το ίδιο προϊόν που ελήφθη από χειριστές σε διάφορα εργαστήρια, χρησιμοποιώντας τη τυποποιημένη μέθοδο δοκιμασίας), βρίσκεται εντός ορισμένου ορίου πιθανότητας (κατά κανόνα 95 %) και επομένως  $R = 2,8 \times s_R$ .

$s_R$  = Τυπική απόκλιση, υπολογιζόμενη με βάση τα αποτελέσματα υπό συνθήκες αναπαραγωγιμότητας.

$RSD_R$  = Είναι η σχετική τυπική απόκλιση που υπολογίζεται με βάση τα αποτελέσματα που ελήφθησαν υπό συνθήκες αναπαραγωγιμότητας  $[(s_R/\bar{x} \times 100)]$ .

$HORRAT_r$  = Η παρατηρούμενη τιμή  $RSD_r$  διαιρούμενη διά της τιμής  $RSD_r$  που υπολογίζεται με την εξίσωση του Horwitz χρησιμοποιώντας την υπόθεση ότι  $r = 0,66R$ .

$HORRAT_R$  = η παρατηρούμενη τιμή  $RSD_R$  διαιρούμενη διά της τιμής  $RSD_R$  που υπολογίζεται με την εξίσωση του Horwitz (παρ. 2).

$U$  = Η ανηγμένη αβεβαιότητα, με τη χρησιμοποίηση ενός συντελεστή κάλυψης 2 που δίνει επίπεδο εμπιστοσύνης περίπου 95 %.

## 4.2. Γενικές απαιτήσεις

Οι μέθοδοι ανάλυσης που χρησιμοποιούνται για τον έλεγχο των τροφίμων πρέπει να ανταποκρίνονται στις διατάξεις των σημείων 1 και 2 του παραρτήματος της οδηγίας 85/591/ΕΟΚ του Συμβουλίου, της 20ής Δεκεμβρίου 1985, για την καθιέρωση κοινοτικών τρόπων δειγματοληψίας και μεθόδων ανάλυσης για τον έλεγχο των τροφίμων.

## 4.3. Ειδικές απαιτήσεις

Όταν δεν καθορίζονται συγκεκριμένες μέθοδοι για τον προσδιορισμό του κασσίτερου σε κονσέρβες τροφίμων σε κοινοτικό επίπεδο, τα εργαστήρια μπορούν να επιλέξουν οποιαδήποτε επικυρωμένη μέθοδο υπό τον όρο ότι η επιλεγμένη μέθοδος ικανοποιεί τα κριτήρια απόδοσης που αναφέρονται στον πίνακα 2. Η επικύρωση πρέπει ιδανικά να περιλαμβάνει πιστοποιημένο υλικό αναφοράς.

Πίνακας 2

## Κριτήρια απόδοσης των μεθόδων ανάλυσης για κασσίτερο

Παράμετρος	Τιμή/Σχόλιο
Δυνατότητα εφαρμογής	Τρόφιμα που καθορίζονται στον κανονισμό (ΕΚ) αριθ. 242/2004
Όριο ανίχνευσης	5 mg/kg κατ' ανώτατο όριο
Όριο ποσοτικοποίησης	10 mg/kg κατ' ανώτατο όριο
Ακρίβεια	Τιμές HORRAT <sub>r</sub> ή HORRAT <sub>R</sub> μικρότερες του 1,5 στη διεργαστηριακή δοκιμή επικύρωσης
Ανάκτηση	80-105 % (όπως αναφέρεται στη διεργαστηριακή δοκιμή)
Εξειδίκευση	Χωρίς φασματικές παρεμβολές ή παρεμβολές που οφείλονται στο υπόστρωμα

## 4.3.1. Κριτήρια απόδοσης — Προσέγγιση συνάρτησης αβεβαιότητας

Ωστόσο, μπορεί επίσης να χρησιμοποιηθεί μια προσέγγιση αβεβαιότητας για να εκτιμηθεί η καταλληλότητα της μεθόδου ανάλυσης που πρέπει να χρησιμοποιηθεί από το εργαστήριο. Το εργαστήριο μπορεί να χρησιμοποιήσει μια μέθοδο η οποία θα παράγει αποτελέσματα εντός των ορίων μιας μέγιστης τυπικής αβεβαιότητας. Η μέγιστη τυπική αβεβαιότητα μπορεί να υπολογιστεί χρησιμοποιώντας τον ακόλουθο τύπο:

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

όπου:

$Uf$  είναι η μέγιστη τυπική αβεβαιότητα

$LOD$  είναι το όριο ανίχνευσης της μεθόδου

$C$  είναι η συγκέντρωση ενδιαφέροντος.

Εάν μια αναλυτική μέθοδος παρέχει αποτελέσματα με μετρήσιμες αβεβαιότητες μικρότερες από τη μέγιστη τυπική αβεβαιότητα, η μέθοδος θα είναι εξίσου κατάλληλη με εκείνη που ανταποκρίνεται στα χαρακτηριστικά απόδοσης που δίνονται στον πίνακα 2.

## 4.4. Υπολογισμός του ποσοστού ανάκτησης και καταγραφή των αποτελεσμάτων

Το αναλυτικό αποτέλεσμα καταγράφεται υπό διορθωμένη ή μη μορφή βάσει της ανάκτησης. Ο τρόπος καταγραφής και το ποσοστό ανάκτησης πρέπει να ανακοινώνονται. Το αποτέλεσμα της ανάλυσης, αφού διορθωθεί για ανάκτηση, χρησιμοποιείται για τον έλεγχο της συμμόρφωσης (βλέπε παράρτημα 1 σημείο 5).

Ο αναλυτής πρέπει να λαμβάνει υπόψη τις «Harmonised Guidelines for the Use of Recovery Information in Analytical Measurement» (παρ. 3) («Εναρμονισμένες κατευθυντήριες γραμμές για τη χρήση πληροφοριών ανάκτησης στην αναλυτική μέτρηση») που συνέταξαν οι IUPAC/ISO/AOAC. Αυτές οι κατευθυντήριες γραμμές επικουρούν στον καθορισμό των παραγόντων ανάκτησης.

Τα αποτελέσματα της ανάλυσης πρέπει να αναφέρονται ως  $x \pm U$  όπου  $x$  είναι το αποτέλεσμα της ανάλυσης και  $U$  η αβεβαιότητα της μέτρησης.

## 4.5. Πρότυπα ποιότητας των εργαστηρίων

Τα εργαστήρια πρέπει να ανταποκρίνονται στις διατάξεις της οδηγίας 93/99/ΕΟΚ του Συμβουλίου, της 29ης Οκτωβρίου 1993, σχετικά με τα πρόσθετα μέτρα που αφορούν τον επίσημο έλεγχο των τροφίμων.

## 4.6. Λοιπές εκτιμήσεις για την ανάλυση

## Δοκιμασία επάρκειας

Συμμετοχή σε κατάλληλες δοκιμασίες ελέγχου επάρκειας, οι οποίες ανταποκρίνονται στο «International Harmonised Protocol for the Proficiency Testing of (Chemical) Analytical Laboratories» (παρ. 4) που έχει συνταχθεί υπό την αιγίδα των IUPAC/ISO/AOAC.

Ορισμένες από αυτές τις δοκιμασίες περιλαμβάνουν συγκεκριμένα τον προσδιορισμό κασσίτερου στα τρόφιμα· συνιστάται η συμμετοχή σε αυτού του είδους τη δοκιμασία και όχι σε κάποια γενικότερου περιεχομένου για τον προσδιορισμό μετάλλων στα τρόφιμα.

## Εσωτερικός έλεγχος ποιότητας

Τα εργαστήρια πρέπει να είναι σε θέση να αποδεικνύουν ότι διαθέτουν διαδικασίες εσωτερικού ελέγχου ποιότητας. Όπως για παράδειγμα τις «ISO/AOAC/IUPAC Guidelines on Internal Quality Control in Analytical Chemistry Laboratories» (παρ. 5).

## Παρασκευή δείγματος

Πρέπει να ληφθεί μέριμνα ώστε να εξασφαλιστεί ότι όλος ο κασσίτερος στο δείγμα λαμβάνεται σε διάλυμα για ανάλυση. Ειδικότερα, αναγνωρίζεται ότι η διαδικασία διάλυσης δείγματος πρέπει να είναι τέτοια που να μην καθίζει καμία υδρολυμένη ένωση SnIV (π.χ. ενώσεις όπως κασσιτερικά οξείδια  $\text{SnO}_2$ ,  $\text{Sn}(\text{OH})_4$ ,  $\text{SnO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ).

Διατηρείτε τα παρασκευασμένα δείγματα σε 5 mol/l HCl. Ωστόσο, ο  $\text{SnCl}_4$  είναι πολύ πτητικός και έτσι τα διαλύματα δεν πρέπει να υποβάλλονται σε βρασμό.

**ΠΑΡΑΠΟΜΠΕΣ**

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 (Also published in 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.
-