

KOMISSION DIREKTIIVI 2004/16/EY,
annettu 12 päivänä helmikuuta 2004,
näytteenotto- ja määritysmenetelmistä säilyke-elintarvikkeiden tinapitoisuuksien virallista tarkastusta varten
(ETA:n kannalta merkityksellinen teksti)

EUROOPAN YHTEISÖJEN KOMISSIO, joka

ottaa huomioon Euroopan yhteisön perustamissopimuksen,

ottaa huomioon elintarvikkeiden tarkastamisessa tarvittavien yhteisön näytteenottomenetelmien ja analyysimenetelmien käyttöön ottamisesta 20 päivänä joulukuuta 1985 annetun neuvoston direktiivin 85/591/ETY⁽¹⁾, sellaisena kuin se on muutettuna Euroopan Parlamentin ja neuvoston asetuksella (EY) N:o 1882/2003⁽²⁾, ja erityisesti sen 1 artiklan,

sekä katsoo seuraavaa:

(1) Tiettyjen elintarvikkeissa olevien vieraiden aineiden enimmäismäärien vahvistamisesta 8 päivänä maaliskuuta 2001 annetussa komission asetuksessa (EY) N:o (EY) 466/2001⁽³⁾, sellaisena kuin se on viimeksi muutettuna asetuksella (EY) N:o 242/2004⁽⁴⁾, vahvistetaan enimmäismäärät säilyke-elintarvikkeissa olevalle epäorgaaniselle tinalle ja viitataan toimenpiteisiin, joilla vahvistetaan käytettävät näytteenotto- ja määritysmenetelmät.

(2) Virallista elintarvikkeiden tarkastusta koskevista lisätoimenpiteistä 29 päivänä lokakuuta 1993 annetussa neuvoston direktiivissä 93/99/ETY⁽⁵⁾, sellaisena kuin se on muutettuna asetuksella (EY) N:o 1882/2003, otetaan käyttöön laatustandardijärjestelmä laboratorioille, joiden tehtäväksi jäsenvaltiot ovat antaneet elintarvikkeiden virallisen tarkastuksen.

(3) On tarpeen vahvistaa yleiset perusteet, jotka määritysmenetelmien on täytettävä, jotta tarkastuksia suorittavien laboratorioiden käyttämät menetelmät olisivat vertailukelpoisia. Lisäksi on erittäin tärkeää, että määritystulokset ilmoitetaan ja tulkitaan yhtenäisesti, jotta varmistetaan yhdenmukaistettu valvonta kaikkialla Euroopan unionissa. Näitä tulkintasääntöjä sovelletaan virallista valvontaa varten otetuista näytteistä saatuihin määritystuloksiin. Oikeustoimiin ja kiistojen ratkaisumenettelyihin tarkoitettuihin määrityksiin sovelletaan kansallisia sääntöjä.

(4) Näytteenotto- ja määritysmenetelmiä koskevat säännökset perustuvat nykytietämykseen, ja niitä voidaan mukauttaa tieteen ja tekniikan kehitykseen. Tinan kokonaismäärän määrittämiseen tarkoitettavat menetelmät soveltuvat epäorgaanisen tinan viralliseen tarkastukseen. Orgaanisten tinamuotojen mahdolliset esiintymät ovat määrältään epäolennaisia epäorgaaniselle tinalle määritettyjen enimmäisarvojen kannalta.

(5) Tässä direktiivissä säädetyt toimenpiteet ovat elintarvikkeetä ja eläinten terveyttä käsittelevän pysyvän komitean lausunnon mukaiset,

ON ANTANUT TÄMÄN DIREKTIIVIN:

1 artikla

Jäsenvaltioiden on toteutettava kaikki tarvittavat toimenpiteet varmistaa, että näytteet elintarvikkeiden tinapitoisuuksien virallista tarkastusta varten otetaan tämän direktiivin liitteessä I esitettyjen menetelmien mukaisesti.

2 artikla

Jäsenvaltioiden on toteutettava kaikki tarvittavat toimenpiteet varmistaa, että näytteiden valmistaminen ja elintarvikkeiden tinapitoisuuksien virallisessa tarkastuksessa käytetty määritysmenetelmä vastaavat tämän direktiivin liitteessä II esitetyt vaatimukset.

3 artikla

Jäsenvaltioiden on saatettava voimaan tämän direktiivin noudattamisen edellyttämät lait, asetukset tai hallinnolliset määräykset viimeistään 31 päivänä joulukuuta 2004. Niiden on viipymättä toimitettava komissiolle kyseiset säädöstekstit sekä mainittujen säädösten ja tämän direktiivin säännösten välinen vastaavuustaulukko.

⁽¹⁾ EYVL L 372, 31.12.1985, s. 50.

⁽²⁾ EUVL L 284, 31.10.2003, s. 1.

⁽³⁾ EYVL L 77, 16.3.2001, s. 1.

⁽⁴⁾ Ks. tämän virallisen lehden sivu 3.

⁽⁵⁾ EYVL L 290, 24.11.1993, s. 14.

Näissä jäsenvaltioiden antamissa säädöksissä on viitattava tähän direktiiviin tai niihin on liitettävä tällainen viittaus, kun ne virallisesti julkaistaan. Jäsenvaltioiden on säädettävä siitä, miten viittaukset tehdään.

4 artikla

Tämä direktiivi tulee voimaan kahdentenkymmenentenä päivänä sen jälkeen, kun se on julkaistu *Euroopan unionin virallisessa lehdessä*.

Tämä direktiivi on osoitettu kaikille jäsenvaltioille.

Tehty Brysselissä 12 päivänä helmikuuta 2004.

Komission puolesta

David BYRNE

Komission jäsen

LITE I

NÄYTTEENOTTOMENETELMÄT SÄILYKE-ELINTARVIKKEIDEN TINAPITOISUUKSIEN VIRALLISTA TARKASTUSTA VARTEN**1. Päämäärä ja laajuus**

Säilyke-elintarvikkeiden tinapitoisuuden viralliseen tarkastukseen tarkoitetut näytteet on otettava jäljempänä esitettyjen menetelmien mukaisesti. Tällä tavoin saatuja kokoomanäytteitä pidetään tutkittavia erä edustavina. Laboratorionäytteistä löydettyjen pitoisuuksien perusteella arvioidaan, noudattavatko tutkittavat erät komission asetuksessa (EY) N:o 466/2001 vahvistettuja enimmäismääriä.

2. Määritelmät

- Erä:** Yhdellä kertaa toimitettu tietty määrä elintarviketta, jonka osalta viranomaisen on vahvistanut, että sillä on yhteisiä ominaisuuksia, kuten alkuperä, lajike, pakkaustapa, pakkaaja, lähettäjä tai merkinnät.
- Osaerä:** Suuremmasta erästä erotettu tietty osa, johon sovelletaan näytteenottomenetelmää. Jokaisen osaerän on oltava fyysisesti erillinen ja yksilöitävissä.
- Perusnäyte:** Tutkittavan erän tai osaerän yhdestä ainoasta kohdasta otettu näyte.
- Kokoomanäyte:** Kaikkien tutkittavasta erästä tai osaerästä otettujen perusnäytteiden muodostama kokonaisuus.
- Laboratorionäyte:** Laboratoriolle tarkoitettu näyte.

3. Yleistä**3.1 Henkilöstö**

Näytteenottajan on oltava kyseisessä jäsenvaltiossa voimassa olevien määräysten mukaisesti tähän tehtävään valtuutettu henkilö.

3.2 Tuote, josta näyte otetaan

Jokaisesta tutkittavasta erästä otetaan erilliset näytteet.

3.3 Varotoimenpiteet

Näytteenoton ja näytteiden valmistuksen aikana on toteutettava varotoimenpiteitä, joilla vältetään kaikki mahdolliset muutokset, jotka voivat vaikuttaa tinapitoisuuteen, määrityksen suorittamiseen tai kokoomanäytteen edustavuuteen.

3.4 Yksittäiset näytteet

Perusnäytteet on mahdollisuuksien mukaan otettava tutkittavan erän tai osaerän eri kohdista. Jos tästä säännöstä poiketaan, siitä on aina ilmoitettava näytteenottotodistuksessa.

3.5 Kokoomanäytteen valmistus

Kokoomanäyte saadaan yhdistämällä kaikki yksittäiset näytteet. Kokoomanäyte homogenoidaan laboratoriossa.

3.6 Samanlaiset laboratorionäytteet

Valvontatoimenpiteisiin, kaupankäyntiin ja kiistojen ratkaisumenettelyihin tarkoitetut samanlaiset laboratorionäytteet on otettava homogenoidusta kokoomanäytteestä sillä edellytyksellä, että tällainen menettely on jäsenvaltiossa noudatettavien sääntöjen mukainen.

3.7 Näytteiden pakkaaminen ja lähettäminen

Jokainen näyte on pakattava inertistä materiaalista valmistettuun puhtaaseen astiaan, joka suojaa näytettä riittävästi kontaminaatiolta ja mahdollisilta kuljetusvaurioilta. On myös toteutettava kaikki tarvittavat varotoimenpiteet, joilla estetään näytteen koostumuksen muuttuminen kuljetuksen tai varastoinnin aikana.

3.8 Näytteiden sinetöinti ja merkitseminen

Jokainen viralliseen käyttöön otettu näyte on sinetöitävä näytteenottoaikalla ja merkittävä jäsenvaltiossa voimassa olevien säännösten mukaisesti.

Kustakin näytteenotosta on laadittava näytteenottotodistus, jonka perusteella on mahdollista yksiselitteisesti tunnistaa erä, josta näyte on otettu. Näytteenottotodistuksessa on ilmoitettava näytteenottoaika ja -aika sekä kaikki lisätiedot, joista voi olla hyötyä määrityksentekijälle.

4. Näytteenottosuunnitelma

Käytettävällä näytteenottomenetelmällä on varmistettava, että kokoomanäyte on edustava otos tarkastettavasta erästä.

4.1 Yksittäisten näytteiden lukumäärä

Säilyketölkeistä yhdessä erässä otettavien yksittäisten näytteiden vähimmäismäärän on oltava taulukon 1 mukainen. Kustakin tolkista otettujen yksittäisten näytteiden on oltava samanpainoisia, ja ne on yhdistettävä kokoomanäytteeksi (ks. kohta 3.5).

Taulukko 1

Kokoomanäytteen muodostamiseksi otettavien tölkkien (yksittäisten näytteiden) lukumäärä

Erään tai osaan kuuluvien tölkkien lukumäärä	Otettavien tölkkien lukumäärä
1—25	vähintään 1 tolkki
26—100	vähintään 2 tölkkiä
> 100	5 tölkkiä

On huomattava, että enimmäismäärät koskevat kunkin tölkin sisältöä, mutta enimmäismäärän testaamisen mahdollistamiseksi on tarpeen käyttää kokoomanäyttemenetelmää. Jos kokoomanäytteen testituloksena on enimmäistasoa pienempi mutta kuitenkin sitä lähellä ja epäillään, että yksittäiset tölkit voivat ylittää enimmäistason, lisätutkimusten tekeminen voi olla tarpeen.

4.2 Näytteenotto vähittäismyntivaiheessa

Elintarvikenäytteet olisi vähittäismyntivaiheessa mahdollisuuksien mukaan otettava edellä kuvattujen näytteenottomenetelyiden mukaisesti. Jos tämä ei ole mahdollista, vähittäismyntivaiheessa voidaan käyttää muita tehokkaita näytteenottomenetelyitä sillä edellytyksellä, että niillä varmistetaan tutkittavan erän riittävä edustavuus.

5. Erän tai osan säännöstenmukaisuus

Tarkastuslaboratorio tekee laboratorionäytteestä valvontatoimenpiteitä varten vähintään kaksi erillistä määritystä ja laskee tulosten keskiarvon.

Erä hyväksytään, jos keskiarvo on asetuksessa (EY) N:o 466/2001 vahvistetun vastaavan enimmäismäärän mukainen, kun otetaan huomioon mittausepävarmuus ja korjaus saannon suhteen.

Erä ei ole asetuksessa (EY) N:o 466/2001 vahvistetun enimmäismäärän mukainen, jos keskiarvo ylittää enimmäismäärän selvästi, kun otetaan huomioon mittausepävarmuus ja korjaus saannon suhteen.

LIITE II

NÄYTTEIDEN VALMISTUS JA VAATIMUKSET, JOTKA SÄILYKE-ELINTARVIKKEIDEN TINAPITOISUUDEN VIRALLISESSA TARKASTUKSESSA KÄYTETTÄVIEN MÄÄRITYSMENETELMIEN ON TÄYTETTÄVÄ

1 Varotoimenpiteet ja tinaa koskevia yleisiä seikkoja

Perusvaatimuksena on, että erästä saadaan edustava ja homogeeninen laboratorionäyte aiheuttamatta sekundaarista kontaminaatiota.

Määrittäjäntekijän olisi varmistettava, että näytteet eivät kontaminoidu niiden valmistamisen aikana. Jos mahdollista, näytteen kanssa kosketuksiin joutuva laitteisto olisi valmistettava inertistä muovista, esimerkiksi polypropeenista, PTFE:stä tms., ja laitteisto olisi puhdistettava hapolla kontaminaatoriskin minimoimiseksi. Leikkuuterissä voidaan käyttää korkealuokkaista ruostumatonta terästä.

Laboratorioon toimitettu näyte on käytettävä kokonaisuudessaan tutkittavan näytteen valmistukseen. Vain tarkoin homogenoitu näyte antaa toistettavia tuloksia.

Monia erityisiä näytteidenvalmistusmenetelyitä voidaan menestyksekkäästi käyttää. Tyydyttäviksi on todettu menetelyt, jotka on kuvattu Euroopan standardointikomitean (CEN) standardissa *Determination of trace elements — Performance criteria and general consideration* (viite 1), mutta muut voivat olla yhtä päteviä.

2 Laboratorioon toimitetun näytteen käsittely

Kokoomanäyte jauhetaan (tarvittaessa) kokonaan hienoksi ja sekoitetaan huolellisesti käyttäen menetelmää, jonka on osoitettu homogenoivan näytteen täydellisesti.

3 Näytteiden jakaminen valvonta- ja oikeustoimia varten

Valvontatoimenpiteisiin, kaupankäyntiin ja kiistojen ratkaisumenettelyihin tarkoitetut samanlaiset näytteet on otettava homogenoidusta näytteestä sillä edellytyksellä, että tällainen menetely on jäsenvaltiossa noudatettavien sääntöjen mukainen.

4 Käytettävä määrittäminen ja laboratorion valvonta

4.1 Määritelmät

Tavallisimmin käytetyt määritelmät, joita laboratorion vaaditaan käyttävän:

r = Toistettavuuden arvo, jonka alapuolella toistettavissa olosuhteissa (sama näyte, sama määrittäjä, samat laitteet, sama laboratorio ja lyhyt aikaväli) saadun kahden yksittäisen testituloksen välinen absoluuttinen ero sijaitsee tietyllä todennäköisyydellä (yleensä 95 %), eli $r = 2,8 \times s_r$.

s_r = Toistettavissa olosuhteissa saaduista tuloksista laskettu standardipoikkeama.

RSD_r = Toistettavissa olosuhteissa saaduista tuloksista laskettu suhteellinen standardipoikkeama $[(s_r / \bar{x}) \times 100]$, jossa \bar{x} on kaikkien laboratoriodien ja kaikkien näytteiden keskiarvo.

R = Uusittavuus: arvo, jonka alapuolella uusittavissa olosuhteissa (määrittäjien saamat identtiset näytteet eri laboratorioissa, käyttäen samaa standardimenetelmää) saatujen yksittäisten testitulosten välinen absoluuttinen ero sijaitsee tietyllä todennäköisyydellä (yleensä 95 %), eli $R = 2,8 \times s_r$.

s_r = Uusittavissa olosuhteissa saaduista tuloksista laskettu standardipoikkeama.

RSD_r = Uusittavissa olosuhteissa saaduista tuloksista laskettu suhteellinen standardipoikkeama $[(s_r / \bar{x}) \times 100]$.

$HORRAT_r$ = Todettu RSD_r jaettuna RSD_r -arvolla, joka on estimoitu Horwitzin yhtälöstä oletusta $r = 0,66R$ käyttäen

$HORRAT_r$ = Todettu RSD_r jaettuna Horwitzin yhtälöstä lasketulla RSD_r -arvolla (Viite 2).

U = Laajennettu epävarmuus, jossa käytetään kattavuuskerrointa 2, jolloin luotettavuustaso on noin 95 %.

4.2 Yleiset vaatimukset

Elintarvikkeiden tarkastuksessa käytettyjen määrittämenetelmien on vastattava elintarvikkeiden tarkastuksessa tarvittavien yhteisön näytteenottomenettelyjen ja analyysimenetelmien käyttöön ottamisesta 20 päivänä joulukuuta 1985 annetun neuvoston direktiivin 85/591/ETY liitteessä olevan 1 ja 2 kohdan säännöksiä.

4.3 Erityiset vaatimukset

Jos yhteisössä ei ole säädetty erityisestä menetelmästä tinan määrittämiseksi säilyke-elintarvikkeissa, laboratoriot voivat käyttää valitsemaansa validoitua menetelmää sillä edellytyksellä, että se vastaa taulukossa 2 esitettyjä laatuvaatimuksia. Ihanteellista olisi, jos validointiin sisältyisi sertifioituja vertailumateriaaleja.

Taulukko 2

Tinan määrittäksen laatuvaatimukset

Muuttuja	Arvo/kommentti
Sovellettavuus	Asetuksessa (EY) N:o 242/2004 mainitut elintarvikkeet
Toteamisraja	Enintään 5 mg/kg
Kvantifointiraja	Enintään 10 mg/kg
Mittaustarkkuus	HORRAT _r - tai HORRAT _R -arvot pienemmät kuin 1,5 validoinnissa käytetyssä monilaboratoriotestauksessa
Saanto	80—105 % (kuten monilaboratoriotestauksessa ilmoitettu)
Spesifisyys	Ei väliaineesta aiheutuvia tai spektrihäiriöitä

4.3.1 Laatuvaatimukset — epävarmuuteen perustuva toimintatapa

Myös epävarmuuteen perustuvaa toimintatapaa voidaan käyttää arvioitaessa laboratoriossa käytettävää analyysimenetelmää. Laboratorio voi käyttää menetelmää, jolla saadut tulokset ovat standardiepävarmuuden enimmäisarvon sisäpuolella. Standardiepävarmuuden enimmäisarvo saadaan seuraavasta kaavasta:

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

jossa

U_f on standardiepävarmuuden enimmäisarvo

LOD on menetelmän toteamisraja

C on merkittävä pitoisuus.

Jos analyttinen menetelmä antaa tuloksia, joiden mittausepävarmuus on pienempi kuin standardiepävarmuuden enimmäisarvo, menetelmä on yhtä sopiva kuin menetelmä, joka vastaa taulukossa 2 annettuja menetelmän laatuvaatimuksia.

4.4 Saannon laskeminen ja tulosten raportointi

Määritystulos raportoidaan saannon osalta korjattuna tai korjaamattomana. Raportointitapa ja saantoprosentti on ilmoitettava. Saannon suhteen korjattua määritystulosta käytetään säännöstenmukaisuuden tarkistamiseen (ks. liite I, kohta 5).

Määrityksen tekijän on myös otettava huomioon IUPAC:n, ISO:n ja AOAC:n kehittämät ohjeet: *Harmonised Guidelines for the Use of Recovery Information in Analytical Measurement* (viite 3). Näistä ohjeista on apua saantokerroinmäärittämisessä.

Määritystulos raportoidaan muodossa $x \pm U$ jossa x on määritystulos ja U on mittausepävarmuus.

4.5 Laboratorioiden laatuvaatimukset

Laboratorioiden on täytettävä virallista elintarvikkeiden tarkastusta koskevista lisätoimenpiteistä 29 päivänä lokakuuta 1993 annetun neuvoston direktiivin 93/99/ETY vaatimukset.

4.6 Muut analyysissa huomioon otettavat seikat

Pätevyyden testaaminen

Laboratorio voi osallistua asianmukaisiin pätevydentestausohjelmiin, jotka noudattavat IUPAC:n, ISO:n ja AOAC:n puitteissa kehitettyä protokollaa laboratorioiden testaamisesta, *International Harmonised Protocol for the Proficiency Testing of (Chemical) Analytical Laboratories* (viite 4).

Joihinkin testausohjelmiin kuuluu erityisesti elintarvikkeiden tinapitoisuuden määrittäminen, ja osallistuminen tällaiseen ohjelmaan on suositeltavampaa kuin yleiseen elintarvikkeiden metallipitoisuuden määrittämiseen keskittyvään ohjelmaan.

Sisäinen laadunvalvonta

Laboratorioiden on osoitettava, että niillä on käytössä sisäiset laadunvalvontamenettelyt. Esimerkkejä näistä ovat ISO:n, AOAC:n ja IUPAC:n sisäiset laadunvalvontaohjeet laboratorioille, *ISO/AOAC/IUPAC Guidelines on Internal Quality Control in Analytical Chemistry Laboratories* (viite 5).

Näytteiden valmistelu

On tarkoin varmistettava, että kaikki näytteiden tina saadaan analyysiliuokseen. Erityisesti huomautetaan, että näytteen liotusmenettely on oltava sellainen, että hydrolysoituneita SnIV-yhdisteitä ei sakkaudu (eli yhdisteitä, kuten tinaoksidit SnO_2 , $\text{Sn}(\text{OH})_4$, $\text{SnO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$).

Valmistetut näytteet säilytetään HCl:ssä, jonka pitoisuus on 5 mol/l. SnCl_4 höyrystyy kuitenkin helposti eikä liuoksia pitäisikään keittää.

KIRJALLISUUSVIITTEET

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.
-