

**RICHTLIJN 2004/16/EG VAN DE COMMISSIE****van 12 februari 2004****tot vaststelling van bemonsteringswijzen en analysemethoden voor de officiële controle op het tingealte in levensmiddelen in blik****(Voor de EER relevante tekst)**

DE COMMISSIE VAN DE EUROPESE GEMEENSCHAPPEN,

Gelet op het Verdrag tot oprichting van de Europese Gemeenschap,

Gelet op Richtlijn 85/591/EEG van de Raad van 20 december 1985 betreffende de invoering van communautaire bemonsteringswijzen en analysemethoden voor de controle van voor menselijke voeding bestemde levensmiddelen <sup>(1)</sup>, gewijzigd bij Verordening (EG) nr. 1882/2003 van het Europees Parlement en de Raad <sup>(2)</sup>, en met name op artikel 1,

Overwegende hetgeen volgt:

(1) Verordening (EG) nr. 466/2001 van de Commissie van 8 maart 2001 tot vaststelling van maximumgehalten aan bepaalde verontreinigingen in levensmiddelen <sup>(3)</sup>, laatstelijk gewijzigd bij Verordening (EG) nr. 242/2004 <sup>(4)</sup> legt maximumgehalten vast voor anorganisch tin in levensmiddelen in blik en verwijst naar de maatregelen tot vaststelling van de te gebruiken bemonsteringswijzen en analysemethoden.

(2) Bij Richtlijn 93/99/EEG van de Raad van 29 oktober 1993 betreffende aanvullende maatregelen inzake de officiële controle op levensmiddelen <sup>(5)</sup> is een regeling ingesteld betreffende kwaliteitsnormen voor laboratoria die in opdracht van de lidstaten officiële controles op levensmiddelen verrichten.

(3) Voor de analysemethoden moeten algemene criteria worden vastgesteld om te garanderen dat de met de controles belaste laboratoria analysemethoden van een vergelijkbaar niveau gebruiken. Ook is het met het oog op een geharmoniseerde handhaving in de hele Europese Unie van groot belang dat de analyseresultaten op uniforme wijze gerapporteerd en geïnterpreteerd worden. Deze interpretatievoorschriften gelden voor het analyseresultaat van het monster voor officiële controle-doeleinden. Op de analyse voor verhaal- en arbitrage-doeleinden zijn de nationale voorschriften van toepassing.

(4) De bepalingen inzake de bemonsteringswijzen en de analysemethoden worden vastgesteld op basis van de huidige kennis en moeten kunnen worden aangepast aan de ontwikkeling van wetenschap en techniek. Analysemethoden voor totaal tin zijn geschikt voor controle op anorganisch tin. Het mogelijke gehalte aan organische vormen van tin wordt als verwaarloosbaar beschouwd in verhouding tot de voor anorganisch tin vastgestelde maximumgehalten.

(5) De in deze richtlijn vervatte maatregelen zijn in overeenstemming met het advies van het Permanent Comité voor de voedselketen en de diergezondheid,

HEEFT DE VOLGENDE RICHTLIJN VASTGESTELD:

*Artikel 1*

De lidstaten doen het nodige om ervoor te zorgen dat de bemonstering voor de officiële controle op het tingealte in levensmiddelen wordt uitgevoerd overeenkomstig de methoden van bijlage I.

*Artikel 2*

De lidstaten doen het nodige om ervoor te zorgen dat de bereiding van de monsters en de analysemethoden voor de officiële controle op het maximumgehalte aan tin van levensmiddelen voldoen aan de criteria van bijlage II.

*Artikel 3*

De lidstaten doen de nodige wettelijke en bestuursrechtelijke bepalingen in werking treden om uiterlijk op 31 december 2004 aan de bepalingen van deze richtlijn te voldoen. Zij delen de Commissie die bepalingen onverwijld mee, alsmede een transponeringstabel ter weergave van het verband tussen die bepalingen en deze richtlijn.

Wanneer de lidstaten deze bepalingen aannemen, wordt in die bepalingen zelf of bij de officiële bekendmaking ervan naar de onderhavige richtlijn verwezen. De regels voor deze verwijzing worden vastgesteld door de lidstaten.

<sup>(1)</sup> PB L 372 van 31.12.1985, blz. 50.

<sup>(2)</sup> PB L 284 van 31.10.2003, blz. 1.

<sup>(3)</sup> PB L 77 van 16.3.2001, blz. 1.

<sup>(4)</sup> Zie bladzijde 3 van dit Publicatieblad.

<sup>(5)</sup> PB L 290 van 24.11.1993, blz. 14.

*Artikel 4*

Deze richtlijn treedt in werking op de twintigste dag volgende op die van haar bekendmaking in het *Publicatieblad van de Europese Unie*.

Deze richtlijn is gericht tot de lidstaten.

Gedaan te Brussel, 12 februari 2004.

*Voor de Commissie*

David BYRNE

*Lid van de Commissie*

---

## BIJLAGE I

**WIJZEN VAN BEMONSTERING VOOR DE OFFICIËLE CONTROLE OP DE GEHALTEN AAN TIN IN LEVENSMIDDELEN IN BLIK****1. Doel en toepassingsgebied**

De monsters voor de officiële controle op het tingealte in levensmiddelen in blik worden genomen overeenkomstig de onderstaande methoden. De op die manier verkregen verzamelmonsters worden geacht representatief te zijn voor de betrokken partijen. Op basis van de gehalten die in de laboratoriummonsters worden geconstateerd, wordt bepaald of de partijen voldoen aan de bij Verordening (EG) nr. 466/2001 vastgestelde maximumgehalten.

**2. Definities**

- Partij: een identificeerbare, in één keer geleverde hoeveelheid van een bepaald levensmiddel waarvan de ambtenaar gemeenschappelijke kenmerken, zoals oorsprong, soort, verpakkings-type, verpakker, verzender of merktekens, heeft geconstateerd.
- Subpartij: aangeduid deel van een partij waarop de bemonsteringsmethode zal worden toegepast. Elke subpartij moet fysiek van de hoofdpartij gescheiden zijn en moet kunnen worden geïdentificeerd.
- Basismonster: hoeveelheid materiaal die op één plaats uit de partij of de subpartij is genomen.
- Verzamelmonster: het totaal van alle uit de partij of de subpartij genomen basismonsters.
- Laboratoriummonster: voor het laboratorium bestemd monster.

**3. Algemene bepalingen****3.1. Personeel**

De monsters worden genomen door een persoon die daartoe gemachtigd is overeenkomstig de in de lidstaat geldende voorschriften.

**3.2. Te bemonsteren materiaal**

Elke partij die moet worden geanalyseerd, wordt afzonderlijk bemonsterd.

**3.3. Voorzorgsmaatregelen**

Bij de bemonstering en de bereiding van de laboratoriummonsters moet worden voorkomen dat zich veranderingen voordoen waardoor het tingealte kan veranderen of de analyses of de representativiteit van het verzamelmonster kunnen worden beïnvloed.

**3.4. Basismonsters**

De basismonsters worden zoveel mogelijk op verschillende plaatsen uit de partij of de subpartij genomen. Als hiervan wordt afgeweken, wordt dit in het verslag vermeld.

**3.5. Bereiding van het verzamelmonster**

Het verzamelmonster wordt verkregen door alle basismonsters bij elkaar te voegen. Dit verzamelmonster wordt in het laboratorium gehomogeniseerd.

**3.6. Bereiding van laboratoriummonsters**

Er worden uit het gehomogeniseerde verzamelmonster identieke laboratoriummonsters voor controle-, verhaal- en arbitrage doeleinden genomen, mits deze procedure met de regelgeving van de lidstaat in overeenstemming is.

**3.7. Verpakking en verzending van de monsters**

Elk monster wordt in een schone recipiënt van inert materiaal geplaatst die een degelijke bescherming biedt tegen verontreiniging en beschadiging tijdens het vervoer. Voorts worden de nodige voorzorgsmaatregelen genomen om verandering in de samenstelling van het monster tijdens vervoer of opslag te voorkomen.

### 3.8. Verzegeling en etikettering van de monsters

Elk voor officieel gebruik genomen monster wordt op de plaats van bemonstering verzegeld en geïdentificeerd volgens de in de lidstaat geldende voorschriften.

Van elke bemonstering wordt een bemonsteringsverslag opgesteld aan de hand waarvan de bemonsterde partij ondubbelzinnig kan worden geïdentificeerd; hierin worden de bemonsteringsdatum en -plaats en alle andere voor de analist nuttige gegevens vermeld.

## 4. Bemonstering

Bij de gebruikte bemonsteringswijze wordt ervoor gezorgd dat het verzamelmonster representatief is voor de te controleren partij.

### 4.1. Aantal basisonsters

Het minimumaantal basisonsters dat van blikken uit de partij moet worden genomen is in tabel 1 aangegeven. De uit de verschillende blikken genomen basisonsters moeten van vergelijkbaar gewicht zijn, zodat een verzamelmonster wordt verkregen (zie punt 3.5).

Tabel 1

**Aantal voor de vorming van het verzamelmonster te bemonsteren blikken (basisonsters)**

Aantal blikken in de partij of subpartij	Aantal te nemen blikken
Tussen 1 en 25	Minstens 1 blik
Tussen 26 en 100	Minstens 2 blikken
> 100	5 blikken

NB: De maximumgehalten gelden voor de inhoud van elk blik, maar om te kunnen testen moet de methode van het verzamelmonster worden gebruikt. Indien het testresultaat voor het verzamelmonster onder, maar dichtbij het maximumgehalte ligt en als vermoed wordt dat afzonderlijke blikken het maximumgehalte kunnen overschrijden, kan het nodig zijn nader onderzoek te verrichten.

### 4.2. Bemonstering in de kleinhandel

Bemonstering in de kleinhandel moet zo mogelijk in overeenstemming met bovengenoemde bemonsteringsvoorschriften worden verricht. Indien dat niet mogelijk is, mogen andere doeltreffende procedures voor bemonstering in de kleinhandel worden gebruikt op voorwaarde dat zij een representatief resultaat voor de bemonsterde partij garanderen.

## 5. Overeenstemming van de partij of subpartij met de eisen

Het controlelaboratorium voert op het laboratoriummonster voor controledoelinden minimaal twee onafhankelijke bepalingen uit en berekent het gemiddelde van de resultaten daarvan.

De partij wordt aanvaard als het gemiddelde niet hoger is dan het desbetreffende maximumgehalte zoals vastgelegd in Verordening (EG) nr. 466/2001, met inachtneming van de meetonzekerheid en de correctie voor terugvinding.

De partij is niet in overeenstemming met het in Verordening (EG) nr. 466/2001 vastgelegde maximumgehalte als het voor terugvinding gecorrigeerde gemiddelde buiten redelijke twijfel groter is dan dat maximumgehalte, met inachtneming van de meetonzekerheid en de correctie voor terugvinding.

## BIJLAGE II

**BEREIDING VAN DE MONSTERS EN ALGEMENE CRITERIA VOOR DE ANALYSEMETHODEN DIE WORDEN GEBRUIKT VOOR DE OFFICIËLE CONTROLE OP HET TINGEHALTE IN BEPAALDE LEVENSMIDDELEN**

**1. Voorzorgsmaatregelen en algemene overwegingen voor tin**

Een eerste vereiste is dat een representatief, homogeen laboratoriummonster wordt verkregen zonder dat daarbij secundaire verontreinigingen worden geïntroduceerd.

De analist moet ervoor zorgen dat de monsters tijdens de bereiding niet worden gecontamineerd. Alle apparatuur die met het monster in aanraking komt, dient zo veel mogelijk gemaakt te zijn van een inerte kunststof, zoals polypropyleen, PTFE, enz. en moet met zuur worden schoongemaakt om het contaminatierisico zo klein mogelijk te maken. Voor snijkanten kan roestvast staal van hoge kwaliteit worden gebruikt.

Voor de bereiding van het onderzoekmateriaal moet al het monstermateriaal worden gebruikt dat naar het laboratorium is opgestuurd. Alleen volledig gehomogeniseerde monsters leveren reproduceerbare resultaten.

Er bestaan tal van geschikte specifieke monsterbereidingsprocedures die kunnen worden gebruikt. De procedures zoals beschreven in de ontwerp-CEN-norm „Determination of Trace Elements — Performance Criteria and General Considerations” (1) bleken te voldoen, maar andere procedures kunnen evenzeer bruikbaar zijn.

**2. Behandeling van het monster dat het laboratorium ontvangt**

Het volledige verzamelmonster wordt (zo nodig) fijngemalen en zorgvuldig gemengd zodat een volledig homogeen product ontstaat.

**3. Verdeling van de monsters voor vervolmaatregelen en verhaal**

De analysemonsters voor controle-, verhaal- en arbitrage doeleinden worden genomen uit de gehomogeniseerde laboratoriummonsters mits deze procedure met de regelgeving van de lidstaat in overeenstemming is.

**4. Door de laboratoria toe te passen analysemethoden en voorschriften inzake de controle op de laboratoria**

**4.1. Definities**

Hieronder worden enkele van de meest gebruikelijke definities gegeven die voor de laboratoria van toepassing zijn.

$r$  = herhaalbaarheid: waarde waarvoor geldt dat het absolute verschil tussen de resultaten van twee afzonderlijke bepalingen die onder herhaalbaarheidsomstandigheden zijn uitgevoerd (hetzelfde monster, dezelfde persoon, dezelfde apparatuur, hetzelfde laboratorium, en kort na elkaar) met de gekozen waarschijnlijkheid (in principe 95 %) daarbeneden ligt, zodat  $r = 2,8 \times s_r$ .

$s_r$  = standaardafwijking, berekend op basis van resultaten die onder herhaalbaarheidsomstandigheden zijn verkregen.

$RSD_r$  = relatieve standaardafwijking, berekend op basis van resultaten die onder herhaalbaarheidsomstandigheden zijn verkregen  $[(s_r/\bar{x}) \times 100]$ , waarbij  $\bar{x}$  het gemiddelde is van de resultaten voor alle laboratoria en alle monsters.

$R$  = reproduceerbaarheid: waarde waarvoor geldt dat het absolute verschil tussen de resultaten van afzonderlijke bepalingen die onder reproduceerbaarheidsomstandigheden zijn uitgevoerd (identiek monstermateriaal, bepalingen met de gestandaardiseerde testmethode uitgevoerd door personen in verschillende laboratoria) met de gekozen waarschijnlijkheid (in principe 95 %) daarbeneden ligt, zodat  $R = 2,8 \times s_R$ .

$s_R$  = standaardafwijking, berekend op basis van resultaten die onder reproduceerbaarheidsomstandigheden zijn verkregen.

$RSD_R$  = relatieve standaardafwijking, berekend op basis van resultaten die onder reproduceerbaarheidsomstandigheden zijn verkregen  $[(s_R/\bar{x}) \times 100]$ .

$HORRAT_r$  = de waargenomen  $RSD_r$  gedeeld door de met behulp van de vergelijking van Horwitz geschatte  $RSD_r$ , onder de aanname  $r = 0,66 R$ .

$HORRAT_R$  = de waargenomen  $RSD_R$  gedeeld door de met behulp van de vergelijking van Horwitz berekende  $RSD_R$  (2).

$U$  = de uitgebreide onzekerheid, met een dekkingsfactor 2, die een betrouwbaarheidsniveau van ongeveer 95 % oplevert.

4.2. *Algemene eisen*

De analysemethoden voor de controle op levensmiddelen moeten voldoen aan de punten 1 en 2 van de bijlage bij Richtlijn 85/591/EEG van de Raad van 20 december 1985 betreffende de invoering van communautaire bemonsteringswijzen en analysemethoden voor de controle van voor menselijke voeding bestemde levensmiddelen.

4.3. *Specifieke voorschriften*

Als op communautair niveau geen specifieke methode voor de bepaling van het tingealte in levensmiddelen in blik is voorgeschreven, mogen de laboratoria zelf een gevalideerde methode kiezen, op voorwaarde dat die aan de in tabel 2 vermelde prestatiekenmerken voldoet. Idealiter dient bij de validatie een gecertificeerd referentiemateriaal te worden opgenomen.

Tabel 2

**Prestatiekenmerken van analysemethoden voor tin**

Parameter	Waarde/opmerking
Van toepassing op	de in Verordening (EG) nr. 242/2004 genoemde levensmiddelen
Aantoonbaarheidsgrens	Maximaal 5 mg/kg
Bepaalbaarheidsgrens	Maximaal 10 mg/kg
Precisie	HORRAT <sub>r</sub> - of HORRAT <sub>R</sub> -waarden kleiner dan 1,5 in het validatieonderzoek
Terugvindingspercentage	80-105 % (zoals aangegeven in het ringonderzoek)
Toepasbaarheid	Vrij van matrixeffecten en spectrale storingen

4.3.1. *Prestatiekenmerken — onzekerheidsfunctieaanpak*

Om na te gaan of de door het laboratorium te gebruiken analysemethoden geschikt zijn, kan evenwel ook een onzekerheidsfunctieaanpak worden gebruikt. Het laboratorium kan een methode gebruiken die resultaten produceert binnen een maximumstandaardonzekerheid. De maximumstandaardonzekerheid kan worden berekend met de volgende formule:

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

waarbij

$U_f$  de maximumstandaardonzekerheid is

$LOD$  de aantoonbaarheidsgrens van de methode is

$C$  de betrokken concentratie is.

Indien een analysemethode resultaten oplevert met onzekerheidsmetingen lager dan de maximumstandaardonzekerheid, dan is de methode even geschikt als een methode die aan de in tabel 2 vermelde prestatiekenmerken voldoet.

4.4. *Berekening van het terugvindingspercentage en rapportage van de resultaten*

Het analytische resultaat wordt geregistreerd al dan niet met een correctie op basis van de terugvinding. De registratiewijze en het terugvindingspercentage moeten worden vermeld. Het voor de terugvinding gecorrigeerde analyseresultaat wordt gebruikt om te bepalen of aan de eisen is voldaan (zie bijlage I, punt 5).

Daarbij dient de analist nota te nemen van de onder IUPAC/ISO/AOAC opgestelde „Harmonised Guidelines for the Use of Recovery Information in Analytical Measurement” (3). Deze Guidelines zijn een hulp bij het vaststellen van terugvindingsfactoren.

Het analyseresultaat wordt gerapporteerd als  $x \pm U$ , waarbij  $x$  het analyseresultaat en  $U$  de meetonzekerheid is.

4.5. *Door de laboratoria te bieden kwaliteitsgaranties*

De laboratoria moeten voldoen aan de voorschriften van Richtlijn 93/99/EEG.

4.6. *Andere overwegingen betreffende de analyse*

Proficiency tests

Deelname aan desbetreffende proficiency tests die voldoen aan het onder de auspiciën van IUPAC/ISO/AOAC opgestelde „International Harmonised Protocol for the Proficiency Testing of (Chemical) Analytical Laboratories” (4).

Sommige van deze testprogramma's omvatten de bepaling van het tingealte in voedingsmiddelen en het wordt aanbevolen aan een dergelijk programma deel te nemen in plaats van aan een algemeen programma voor de bepaling van het gehalte aan metalen in voedingsmiddelen.

Interne kwaliteitscontrole

De laboratoria moeten kunnen aantonen dat zij over procedures voor interne kwaliteitscontrole beschikken. Voorbeelden daarvan zijn de „ISO/AOAC/IUPAC Guidelines on Internal Quality Control in Analytical Chemistry Laboratories” (5).

Bereiding van de monsters

Er moet voor worden gezorgd dat al het tin in het monster voor analyse in de oplossing wordt opgenomen. Met name moet de procedure voor oplossing van het monster zo zijn opgezet dat geen gehydrolyseerd Sn(IV) neerslaat (d.w.z. tinoxide  $\text{SnO}_2$ ,  $\text{Sn}(\text{OH})_4$ ,  $\text{SnO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ).

Bereide monsters moeten in 5 mol/l HCl worden bewaard.  $\text{SnCl}_4$  verdampt echter snel, dus mogen de oplossingen niet gekookt worden.

**REFERENTIES**

1. BS EN 13804:2002: Foodstuffs — Determination of trace elements — Performance criteria, general considerations and sample preparation, CEN, Stassartstraat 36, B-1050 Brussel.
  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 by 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.
-