

KOMMISSIONENS DIREKTIV 2004/16/EF

af 12. februar 2004

om prøveudtagnings- og analysemetoder til offentlig kontrol af indholdet af tin i fødevarekonserver

(EØS-relevant tekst)

KOMMISSIONEN FOR DE EUROPÆISKE FÆLLESSKABER HAR —

under henvisning til traktaten om oprettelse af Det Europæiske Fællesskab,

under henvisning til Rådets direktiv 85/591/EØF af 20. december 1985 om indførelse af fælles prøveudtagnings- og analysemetoder til kontrol af levnedsmidler ⁽¹⁾, ændret ved Europa-Parlamentets og Rådets forordning (EF) nr. 1882/2003 ⁽²⁾, særlig artikel 1, og

ud fra følgende betragtninger:

(1) Ved Kommissionens forordning (EF) nr. 466/2001 af 8. marts 2001 om fastsættelse af grænseværdier for bestemte forurenende stoffer i levnedsmidler ⁽³⁾, senest ændret ved forordning (EF) nr. 242/2003 ⁽⁴⁾, er der fastsat grænseværdier for uorganisk tin i fødevarekonserver, og der henvises deri til bestemmelserne om, hvilke prøveudtagnings- og analysemetoder der skal anvendes.

(2) Ved Rådets direktiv 93/99/EØF af 29. oktober 1993 om supplerende bestemmelser vedrørende offentlig kontrol med levnedsmidler ⁽⁵⁾, ændret ved forordning (EF) nr. 1882/2003, er der indført en ordning med kvalitetsnormer for de laboratorier, som medlemsstaterne betror den offentlige kontrol af levnedsmidler.

(3) Der bør fastsættes generelle kriterier, som analysemetoder skal opfylde, for at det kan sikres, at de laboratorier, der står for kontrollen, anvender analysemetoder med samme ydeevne. Det er ligeledes af stor betydning, at analyseresultater indberettes og fortolkes på en ensartet måde for at sikre ensartet håndhævelse i hele EU. Sådanne fortolkningsregler skal gælde for analyseresultater fra prøver udtaget ved offentlig kontrol. For analyser til beskyttelse eller til referenceformål anvendes nationale regler.

(4) Bestemmelserne om prøveudtagnings- og analysemetoder er blevet opstillet på grundlag af den nuværende viden, og de kan tilpasses på baggrund af udviklingen i den videnskabelige og teknologiske viden. Metoderne til analyse for det samlede indhold af tin er egnede til kontrol af uorganisk tin. Den eventuelle tilstedeværelse af organiske former for tin anses for at være ubetydelig i forhold til de grænseværdier, der er fastsat for uorganisk tin.

(5) De i dette direktiv fastsatte foranstaltninger er i overensstemmelse med udtalelse fra Den Stående Komité for Fødevarekæden og Dyresundhed —

UDSTEDT FØLGENDE DIREKTIV:

Artikel 1

Medlemsstaterne træffer alle de nødvendige foranstaltninger til at sikre, at prøveudtagningen til offentlig kontrol af indholdet af tin i fødevarer udføres efter de metoder, der er beskrevet i bilag I til dette direktiv.

Artikel 2

Medlemsstaterne træffer alle de nødvendige foranstaltninger til at sikre, at forberedelsen af prøver og de analysemetoder, der anvendes ved offentlig kontrol af indholdet af tin i fødevarer, opfylder kriterierne i bilag II til dette direktiv.

Artikel 3

Medlemsstaterne sætter de nødvendige love og administrative bestemmelser i kraft for at efterkomme dette direktiv senest den 31. december 2004. De tilsender straks Kommissionen disse bestemmelser med en sammenligningstabel, som viser sammenhængen mellem de pågældende bestemmelser og dette direktiv.

Bestemmelserne skal ved vedtagelsen indeholde en henvisning til dette direktiv eller skal ved offentliggørelsen ledsages af en sådan henvisning. De nærmere regler for henvisningen fastsættes af medlemsstaterne.

⁽¹⁾ EFT L 372 af 31.12.1985, s. 50.

⁽²⁾ EUT L 284 af 31.10.2003, s. 1.

⁽³⁾ EFT L 77 af 16.3.2001, s. 1.

⁽⁴⁾ Se side 3 i denne EUT.

⁽⁵⁾ EFT L 290 af 24.11.1993, s. 14.

Artikel 4

Dette direktiv træder i kraft på tyvendedagen efter offentliggørelsen i *Den Europæiske Unions Tidende*.

Dette direktiv er rettet til medlemsstaterne.

Udfærdiget i Bruxelles, den 12. februar 2004.

På Kommissionens vegne

David BYRNE

Medlem af Kommissionen

BILAG I

PRØVEUDTAGNINGSMETODER, DER ANVENDES VED OFFENTLIG KONTROL AF INDHOLDET AF TIN I FØDEVAREKONSERVEN**1. Formål og anvendelsesområde**

Prøver til offentlig kontrol af indholdet af tin i fødevarekonserver udtages efter de metoder, der er beskrevet nedenfor. De derved fremkomne samlede prøver betragtes som repræsentative for partierne. På grundlag af det indhold, der er konstateret i laboratorieprøverne, fastslås det, om grænseværdierne i forordning (EF) nr. 466/2001 er overholdt.

2. Definitioner

- Parti: En identificerbar mængde af en fødevare, der leveres på én gang, og hvorom det ved den offentlige kontrol konstateres, at den har fælles kendetegn, såsom oprindelse, art, emballagetype, emballeringsvirksomhed, afsender eller mærker
- Delparti: Del af et parti, der udvælges med henblik på anvendelse af prøveudtagningsmetoden. Hvert delparti skal være fysisk adskilt og identificerbart
- Enkeltprøve: En materialemængde, der udtages fra et enkelt sted i partiet eller delpartiet
- Samlet prøve: Det materiale, der fremkommer ved, at man samler alle enkeltprøverne fra partiet eller delpartiet
- Laboratorieprøve: Prøve bestemt til laboratoriet.

3. Almindelige bestemmelser**3.1. Personale**

Prøveudtagningen foretages af en af medlemsstaterne udpeget person.

3.2. Materiale til prøveudtagning

Prøveudtagningen af hvert parti, som skal undersøges, foregår separat.

3.3. Forholdsregler

Under prøveudtagningen og forberedelsen af prøverne skal der træffes forholdsregler for at undgå ændringer, som kan påvirke indholdet af tin, have uheldig indflydelse på analyseresultatet eller gøre de samlede prøver urepræsentative.

3.4. Enkeltprøver

Enkeltprøver bør så vidt muligt udtages forskellige steder i hele partiet eller delpartiet. Afvigelser fra denne fremgangsmåde skal opføres i registeret.

3.5. Forberedelse af den samlede prøve

Den samlede prøve sammensættes ved, at enkeltprøverne samles. Denne samlede prøve homogeniseres på laboratoriet.

3.6. Kontraprøver

Kontraprøver, der udtages til laboratoriekontrol med henblik på håndhævelse af reglerne, til beskyttelse af handelen og til referenceformål, skal tages fra den homogeniserede samlede prøve, medmindre dette er i modstrid med medlemsstaternes forskrifter for prøveudtagning.

3.7. Emballering og forsendelse af prøver

Hver prøve skal anbringes i en ren beholder af inaktivt materiale, der giver tilstrækkelig beskyttelse mod forurening og mod beskadigelse under forsendelse. Alle de nødvendige forholdsregler skal træffes for at undgå ændringer af prøvens sammensætning, som måtte opstå under transport eller opbevaring.

3.8. Forsegling og mærkning af prøver

Hver prøve, der udtages til officiel brug, skal forsegles på prøveudtagningsstedet og identificeres i henhold til medlemsstaternes forskrifter.

Der skal føres et register over hver enkelt prøveudtagning, således at hvert parti entydigt kan identificeres, med angivelse af dato og sted for prøveudtagningen tillige med eventuelle yderligere oplysninger, som kan være til hjælp for laboranten.

4. Prøveudtagningsplaner

Den anvendte prøveudtagningsmetode skal sikre, at den samlede prøve er repræsentativ for det parti, der skal kontrolleres.

4.1. Antal enkeltprøver

Mindsteantallet af enkeltprøver, der skal udtages fra konserverdåser i et parti, er angivet i tabel 1. Enkeltprøverne fra hver konserverdåse skal have samme vægt og tilsammen udgøre den samlede prøve (jf. punkt 3.5).

Tabel 1

Antal konserverdåser (enkeltprøver), der skal udtages for at danne den samlede prøve

Antal konserverdåser i partiet eller delpartiet	Antal konserverdåser, der skal udtages
1 til 25	mindst 1 konserverdåse
26 til 100	mindst 2 konserverdåser
> 100	5 konserverdåser

Bemærk, at grænseværdierne gælder for indholdet af hver enkelt konserverdåse, men at det for at kunne gennemføre testningen er nødvendigt at anvende samlede prøver. Hvis analyseresultatet af den samlede prøve ligger under, men tæt på grænseværdien, og hvis der foreligger en mistanke om, at en eller flere konserverdåser overskrider grænseværdien, kan det være nødvendigt at foretage yderligere undersøgelser.

4.2. Prøveudtagning i detailleddet

Udtagning af prøver af levnedsmidler i detailleddet bør om muligt ske i overensstemmelse med ovenstående bestemmelser for prøveudtagning. Hvis det ikke er muligt, kan andre effektive procedurer for prøveudtagning i detailleddet anvendes, hvis de sikrer, at prøveudtagningen er tilstrækkeligt repræsentativ.

5. Partiets eller delpartiets overensstemmelse med kravene

Kontrollaboratoriet analyserer laboratorieprøverne til håndhævelse af reglerne ved mindst to uafhængige analyser og beregner middelværdien.

Partiet godkendes, hvis middelværdien ikke overstiger den pågældende grænseværdi (fastsat i forordning (EF) nr. 466/2001), idet der tages hensyn til måleusikkerheden og korrektion for genfinding.

Partiet overholder ikke grænseværdien (fastsat i forordning (EF) nr. 466/2001), hvis middelværdien uden nogen tvivl overstiger grænseværdien, når der tages hensyn til måleusikkerheden og korrektion for genfinding.

BILAG II

FORBEREDELSE AF PRØVER OG KRITERIER FOR ANALYSEMETODER, DER ANVENDES VED OFFENTLIG KONTROL AF INDHOLDET AF TIN I FØDEVAREKONSERVEN**1. Forholdsregler og almindelige overvejelser vedrørende tin**

Det grundlæggende krav er, at der skal udtages en repræsentativ og ensartet laboratorieprøve uden at påføre sekundær forurening.

Laboranten sikrer, at prøver ikke forurenes under forberedelsen. Udstyr, der kommer i kontakt med prøven, skal så vidt muligt være fremstillet af et inert materiale, f.eks. plastik såsom polypropylen, PTFE osv., og udstyret bør rengøres med syre for at minimere risikoen for forurening. Rustfrit stål af høj kvalitet kan anvendes til skærende kanter.

Alt det udtagne materiale, laboratoriet modtager, skal anvendes til forberedelse af prøvemateriale. Kun meget fint homogeniserede prøver giver repeterbare resultater.

Der findes mange tilfredsstillende særlige procedurer for prøveforberedelse, som kan anvendes. De, der er beskrevet i udkastet til CEN-standarden *Foodstuffs — Determination of trace elements — Performance criteria and general consideration* (ref. 1), er fundet tilstrækkelige, men også andre kan have samme gyldighed.

2. Behandling af prøven på laboratoriet efter modtagelsen

Den samlede prøve finmales (hvis det er relevant) og blandes grundigt efter en metode, hvorom det er godtgjort, at den resulterer i fuldstændig homogenisering.

3. Underopdeling af prøver til håndhævelses- og beskyttelsesformål

Kontraprøver, der udtages med henblik på håndhævelse og handel (beskyttelse) og til referenceformål, skal tages fra det homogeniserede materiale, medmindre dette er i modstrid med medlemsstaternes regler for prøveudtagning.

4. Analysemetode, der skal anvendes af laboratoriet, og krav til laboratoriekontrol**4.1. Definitioner**

Nogle af de mest almindeligt brugte definitioner, som laboratoriet skal anvende, er følgende:

r = Repeterbarhed: den værdi, under hvilken den absolutte forskel mellem to individuelle prøveresultater, der er opnået under repeterbarhedsforhold (dvs. samme prøve, samme person, samme apparatur, samme laboratorium og kort tidsinterval), kan forventes at ligge inden for en bestemt sandsynlighed (typisk 95 %), og derfor er $r = 2,8 \times s_r$.

s_r = Standardafvigelse beregnet ud fra resultater, der er fremkommet under repeterbarhedsforhold

RSD_r = Relativ standardafvigelse beregnet ud fra resultater, der er fremkommet under repeterbarhedsforhold $[(s_r/\bar{x}) \times 100]$, hvor $\bar{x}$ er gennemsnittet af resultaterne for alle laboratorier og prøver.

R = Reproducerbarhed: den værdi, under hvilken den absolutte forskel mellem de individuelle prøve-resultater, der er fremkommet under reproducerbarhedsforhold (dvs. som er opnået af personer på forskellige laboratorier ved hjælp af den standardiserede testmetode med identisk materiale), kan forventes at ligge inden for en bestemt sandsynlighed (typisk 95 %); $R = 2,8 \times s_R$.

s_R = Standardafvigelse beregnet ud fra resultater, der er fremkommet under repeterbarhedsforhold.

RSD_R = Relativ standardafvigelse beregnet ud fra resultater, der er fremkommet under repeterbarhedsforhold $[(s_R/\bar{x}) \times 100]$.

$HORRAT_r$ = Den observerede RSD_r divideret med RSD_r -værdien, som er beregnet på grundlag af Horwitz-ligningen, og hvor det antages, at $r = 0,66R$.

$HORRAT_R$ = Den observerede RSD_R divideret med RSD_R -værdien, som er beregnet på grundlag af Horwitz-ligningen (ref. 2).

U = Den udvidede usikkerhed, hvor der anvendes en dækningsfaktor på 2, som giver en sikkerhed på ca. 95 %.

4.2. *Generelle krav*

Analysemetoder, der anvendes ved fødevarekontrol, skal opfylde bestemmelserne i punkt 1 og 2 i bilaget til Rådets direktiv 85/591/EØF af 20. december 1985 om indførelse af fælles prøveudtagnings- og analysemetoder til kontrol af levnedsmidler.

4.3. *Særlige krav*

Når der ikke på fællesskabsplan er fastsat særlige metoder til bestemmelse af indholdet af tin i fødevarekonserver, kan laboratorierne vælge en valideret metode, der opfylder kravene i tabel 2. Ved valideringen skal der helst inddrages certificeret referencemateriale.

Tabel 2

Krav til analysemetoder for tin

Parameter	Værdi/bemærkning
Anvendelsesområde	Fødevarer, der er omhandlet i forordning (EF) nr. 242/2004
Detektionsgrænse	Højest 5 mg/kg
Bestemmelsesgrænse	Højest 10 mg/kg
Præcision	HORRAT _r eller HORRAT _R -værdier på mindre end 1,5 i ringtesten
Genfinding	80 %-105 % (som anført i ringtesten)
Specificitet	Uden matrix eller spektral interferens

4.3.1. *Krav til analysemetoderne — Usikkerhedsmetode*

Der kan imidlertid også anvendes en usikkerhedsmetode for at vurdere, om den analysemetode, som laboratoriet har til hensigt at anvende, er egnet. Laboratoriet kan bruge en metode, hvorved der fremkommer resultater inden for en maksimal standardusikkerhed. Den maksimale standardusikkerhed kan beregnes ved at anvende følgende formel:

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

hvor

U_f er den maksimale standardusikkerhed

LOD er metodens detektionsgrænse

C er interessekoncentrationen

Hvis en analysemetode giver resultater med en måleusikkerhed, der er mindre end den maksimale standardusikkerhed, skal metoden ligestilles med andre metoder, der opfylder kravene i tabel 2.

4.4. *Genfindingsberegning og indberetning af resultater*

Analyseresultatet skal oplyses, korrigeret eller ikke korrigeret for genfinding. Rapporteringsmetode og genfindingsniveau skal oplyses. Analyseresultatet korrigeret for genfinding anvendes til at kontrollere, om kravet overholdes (jf. bilag I, punkt 5).

Laboranten bør tage hensyn til *Harmonised Guidelines for the Use of Recovery Information in Analytical Measurement* (ref. 3), der er udarbejdet i IUPAC/ISO/AOAC's regi. Disse retningslinjer kan være til hjælp ved bestemmelse af genfindingsfaktorer.

Analyseresultatet skal indberettes som $x \pm U$, hvor x er analyseresultatet og U er måleusikkerheden.

4.5. *Laboratorie kvalitetsnormer*

Laboratorierne skal overholde Rådets direktiv 93/99/EØF af 29. oktober 1993 om supplerende bestemmelser vedrørende offentlig kontrol med levnedsmidler.

4.6. Andre overvejelser i forbindelse med analysen

Præstationsprøvning

Deltagelse i relevante præstationsprøvningsordninger, der er i overensstemmelse med *International Harmonised Protocol for the Proficiency Testing of (Chemical) Analytical Laboratories* (ref. 4), der er udarbejdet i IUPAC/ISO/AOAC's regi.

Nogle af ordningerne omhandler specifikt bestemmelse af tin i fødevarer, og det anbefales, at laboratoriet deltager i en sådan ordning fremfor i en generel ordning for bestemmelse af metaller i fødevarer.

Intern kvalitetskontrol

Laboratorierne bør kunne godtgøre, at de har iværksat interne kvalitetskontrolprocedurer. *ISO/AOAC/IUPAC Guidelines on Internal Quality Control in Analytical Chemistry Laboratories* (ref. 5) giver eksempler på sådanne procedurer.

Forberedelse af prøver

Det bør omhyggeligt sikres, at alt tin i prøven kommer med i analyseopløsningen. Det er især vigtigt, at proceduren for opløsning af prøven følges således, at der ikke udskilles nogen former af hydrolyseret SnIV (f.eks. forskellige former af tinoxid såsom SnO_2 , Sn(OH)_4 og $\text{SnO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$).

Forberedte prøver opbevares i 5 mol/l HCl. Da SnCl_4 imidlertid er meget flygtigt, bør opløsninger heraf ikke koges.

REFERENCER

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. Redigeret af Michael Thompson, Steven L R Ellison, Ales Fajgelj, Paul Willetts og Roger Wood, *Pure Appl. Chem.*, 1999, 71, 337-348.
 4. ISO/AOAC/IUPAC International Harmonised Protocol for Proficiency Testing of (Chemical) Analytical Laboratories, redigeret af M. Thompson og R. Wood, *Pure Appl. Chem.*, 1993, 65, 2123-2144 (Også offentliggjort i *J. AOAC International*, 1993, 76, 926).
 5. ISO/AOAC/IUPAC International Harmonised Guidelines for Internal Quality Control in Analytical Chemistry Laboratories, redigeret af M. Thompson og R. Wood, *Pure Appl. Chem.*, 1995, 67, 649-666.
-