

RICHTLINIE 2004/16/EG DER KOMMISSION**vom 12. Februar 2004****zur Festlegung der Probenahmeverfahren und Analysemethoden für die amtliche Kontrolle der Zinngehalte in Lebensmittelkonserven****(Text von Bedeutung für den EWR)**

DIE KOMMISSION DER EUROPÄISCHEN GEMEINSCHAFTEN —

gestützt auf den Vertrag zur Gründung der Europäischen Gemeinschaft,

gestützt auf die Richtlinie 85/591/EWG des Rates vom 20. Dezember 1985 zur Einführung gemeinschaftlicher Probenahmeverfahren und Analysemethoden für die Kontrolle von Lebensmitteln ⁽¹⁾, geändert durch die Verordnung (EG) Nr. 1882/2003 des Europäischen Parlaments und des Rates ⁽²⁾, insbesondere auf Artikel 1,

in Erwägung nachstehender Gründe:

(1) Mit der Verordnung (EG) Nr. 466/2001 der Kommission vom 8. März 2001 zur Festsetzung der zulässigen Höchstgehalte an Kontaminanten in Lebensmitteln ⁽³⁾, zuletzt geändert durch die Verordnung (EG) Nr. 242/2004 ⁽⁴⁾, wurden Höchstgehalte für anorganisches Zinn in Lebensmittelkonserven festgelegt und Maßnahmen zur Festlegung der einzusetzenden Probenahmeverfahren und Analysemethoden vorgesehen.

(2) Mit der Richtlinie 93/99/EWG des Rates vom 29. Oktober 1993 über zusätzliche Maßnahmen im Bereich der amtlichen Lebensmittelüberwachung ⁽⁵⁾ wurde eine Regelung über Qualitätsnormen für die von den Mitgliedstaaten mit der amtlichen Lebensmittelüberwachung betrauten Laboratorien eingeführt.

(3) Es erscheint notwendig, allgemeine Kriterien festzulegen, denen die Analysemethoden genügen müssen, damit die mit der Kontrolle beauftragten Laboratorien Analysemethoden mit vergleichbarem Leistungsniveau verwenden. Sehr wichtig ist auch, dass die Analyseergebnisse einheitlich angegeben und ausgewertet werden, um ein harmonisiertes Vorgehen in der gesamten Europäischen Union sicherzustellen. Diese Auswertungsvorschriften gelten für das Analyseergebnis der zur amtlichen Kontrolle gezogenen Probe. Im Fall einer Analyse zu Verteidigungs- oder Schiedszwecken gelten die einzelstaatlichen Bestimmungen.

⁽¹⁾ ABl. L 372 vom 31.12.1985, S. 50.

⁽²⁾ ABl. L 284 vom 31.10.2003, S. 1.

⁽³⁾ ABl. L 77 vom 16.3.2001, S. 1.

⁽⁴⁾ Siehe Seite 3 dieses Amtsblatts.

⁽⁵⁾ ABl. L 290 vom 24.11.1993, S. 14.

(4) Die Bestimmungen für die Probenahmeverfahren und die Analysemethoden werden nach dem heutigen Kenntnisstand festgesetzt und können entsprechend dem wissenschaftlich-technischen Fortschritt angepasst werden. Verfahren zur Analyse des Gesamtzinngehalts sind geeignet für die Überwachung von anorganischem Zinn. Das mögliche Vorhandensein organischer Formen von Zinn wird in Relation zu den Höchstwerten für anorganisches Zinn als vernachlässigbar angesehen.

(5) Die in dieser Richtlinie vorgesehenen Maßnahmen entsprechen der Stellungnahme des Ständigen Ausschusses für die Lebensmittelkette und Tiergesundheit —

HAT FOLGENDE RICHTLINIE ERLASSEN:

Artikel 1

Die Mitgliedstaaten treffen alle nötigen Maßnahmen, um sicherzustellen, dass die Probenahme für die amtliche Kontrolle von Lebensmitteln auf Einhaltung der Zinnhöchstgehalte nach den in Anhang I dieser Richtlinie beschriebenen Verfahren durchgeführt wird.

Artikel 2

Die Mitgliedstaaten treffen alle nötigen Maßnahmen, um sicherzustellen, dass die Probenvorbereitung und die angewendeten Analysemethoden für die amtliche Kontrolle der Zinngehalte von Lebensmitteln die in Anhang II dieser Richtlinie beschriebenen Kriterien erfüllen.

Artikel 3

Die Mitgliedstaaten setzen die erforderlichen Rechts- und Verwaltungsvorschriften in Kraft, um dieser Richtlinie bis spätestens Freitag, 31. Dezember 2004 nachzukommen. Sie teilen der Kommission unverzüglich den Wortlaut dieser Rechtsvorschriften mit und fügen eine Entsprechungstabelle dieser Rechtsvorschriften und der vorliegenden Richtlinie bei.

Wenn die Mitgliedstaaten derartige Vorschriften erlassen, nehmen sie in den Vorschriften selbst oder durch einen Hinweis bei der amtlichen Veröffentlichung auf diese Richtlinie Bezug. Die Mitgliedstaaten regeln die Einzelheiten dieser Bezugnahme.

Artikel 4

Diese Richtlinie tritt am zwanzigsten Tag nach ihrer Veröffentlichung im *Amtsblatt der Europäischen Union* in Kraft.

Diese Richtlinie ist an alle Mitgliedstaaten gerichtet.

Brüssel, den 12. Februar 2004

Für die Kommission
David BYRNE
Mitglied der Kommission

ANHANG I

PROBENAHMEVERFAHREN FÜR DIE AMTLICHE KONTROLLE DER ZINNGEHALTE IN LEBENSMITTELKONSERVEN**1. Zweck und Anwendungsbereich**

Im Folgenden wird das Verfahren für die Entnahme von Proben für die amtliche Bestimmung der Zinngehalte von Lebensmitteln beschrieben. Die mit diesem Verfahren gewonnenen Sammelproben sind als repräsentativ für die betreffenden Partien anzusehen. Die bei der Analyse der Laborproben festgestellten Befunde geben Aufschluss darüber, ob die in der Verordnung (EG) Nr. 466/2001 festgesetzten Höchstgehalte eingehalten wurden.

2. Definitionen

Partie: eine unterscheidbare Menge eines in einer Sendung angelieferten Lebensmittels, das gemäß der amtlichen Prüfung gemeinsame Merkmale wie Ursprung, Sorte, Art der Verpackung, Verpacker, Absender oder Kennzeichnung aufweist.

Teilpartie: bestimmter Teil einer großen Partie, der dem Probenahmeverfahren zu unterziehen ist; jede Teilpartie muss physisch getrennt und identifizierbar sein.

Einzelprobe: an einer einzigen Stelle der Partie oder Teilpartie entnommene Menge.

Sammelprobe: Summe der einer Partie oder Teilpartie entnommenen Proben.

Laborprobe: für das Labor bestimmte Probe.

3. Allgemeine Vorschriften**3.1. Personal**

Die Probenahme wird von einer durch den betreffenden Mitgliedstaat bevollmächtigten Person vorgenommen.

3.2. Material, dem Proben zu entnehmen sind

Jede zu kontrollierende Partie ist einzeln zu beproben.

3.3. Vorsichtsmaßnahmen

Bei der Probenahme und der Vorbereitung der Proben sind Vorsichtsmaßnahmen zu treffen, um Veränderungen zu verhindern, die sich auf den Zinngehalt auswirken, die analytische Bestimmung stören oder die Repräsentativität der Sammelproben beeinträchtigen könnten.

3.4. Einzelproben

Einzelproben sind möglichst an verschiedenen, über die ganze Partie oder Teilpartie verteilten Stellen zu entnehmen. Abweichungen von dieser Regel sind im Protokoll zu vermerken.

3.5. Herstellung der Sammelprobe

Die Sammelprobe wird durch Vereinigen aller Einzelproben hergestellt. Diese Sammelprobe wird im Labor homogenisiert.

3.6. Parallellaborproben

Für Bestätigungs-, Handels- (Rechtfertigungs-) und Schiedszwecke sind Parallellaborproben von der homogenisierten Sammelprobe zu nehmen, sofern dies nicht gegen die Probenahmeverfahrensvorschriften der Mitgliedstaaten verstößt.

3.7. Verpackung und Versand der Proben

Jede Sammel- bzw. Laborprobe wird in ein sauberes, inertes Behältnis verbracht, das angemessenen Schutz vor Kontamination und Beschädigung beim Transport bietet. Alle notwendigen Vorkehrungen sind zu treffen, um zu verhindern, dass sich die Zusammensetzung der Sammel- bzw. Laborprobe während des Transports oder der Lagerung ändert.

3.8. Versiegelung und Kennzeichnung der Proben

Jede amtliche Probe wird am Ort der Entnahme versiegelt und gemäß den Vorschriften des Mitgliedstaats gekennzeichnet.

Über jede Probenahme ist ein Protokoll zu führen, aus dem die Identität der beprobten Partie eindeutig hervorgeht, wobei Datum und Ort der Probenahme sowie sämtliche zusätzlichen Informationen, die bei der Analyse von Nutzen sein können, zu vermerken sind.

4. Probenahmepläne

Durch das Probenahmeverfahren ist zu gewährleisten, dass die Sammelprobe für die zu kontrollierende Partie repräsentativ ist.

4.1. Zahl der Einzelproben

Die Mindestanzahl der den Konservendosen einer Partie zu entnehmenden Einzelproben muss den Angaben in Tabelle 1 entsprechen. Die Einzelproben aus jeder Dose sollten ein ähnliches Gewicht aufweisen und zusammen eine Sammelprobe ergeben (siehe Ziffer 3.5).

Tabelle 1

Zahl der Dosen (Einzelproben), die für eine Sammelprobe zu beproben sind

Zahl der Dosen in einer Partie	Zahl der zu beprobenden Dosen
1-25	Mindestens 1 Dose
26-100	Mindestens 2 Dosen
> 100	5 Dosen

Zu beachten ist, dass die Höchstgehalte sich auf den Inhalt jeder einzelnen Dose beziehen, dass jedoch aus praktischen Gründen für die Untersuchung mit einer Sammelprobe gearbeitet werden muss. Ergibt sich aus der Analyse, dass die Sammelprobe knapp unterhalb des Höchstgehalts liegt, und besteht der Verdacht, dass einzelne Dosen diesen Höchstgehalt überschreiten, so können weitere Untersuchungen erforderlich sein.

4.2. Probenahme im Einzelhandel

Die Probenahme von Lebensmitteln auf der Ebene des Einzelhandels sollte, soweit dies möglich ist, nach den vorstehenden Probenahmeverfahren durchgeführt werden. Ist dies nicht möglich, können auf der Ebene des Einzelhandels andere wirksame Probenahmeverfahren angewandt werden, sofern sie eine ausreichende Repräsentativität für die beprobte Partie gewährleisten.

5. Übereinstimmung der Partie bzw. Teilpartie mit den Höchstgehalten

Das Kontrolllabor analysiert die Laborprobe für Bestätigungszwecke auf die Einhaltung der Höchstgehalte in mindestens zwei getrennten Analysen und berechnet den Mittelwert der Ergebnisse

Die Partie wird akzeptiert, wenn der Durchschnitt unter Berücksichtigung der Messungenauigkeit und der Berichtigung um die Wiederfindungsrate den entsprechenden Höchstgehalt (gemäß Verordnung (EG) Nr. 466/2001) nicht überschreitet.

Die Partie entspricht nicht dem in der Verordnung (EG) Nr. 466/2001 festgelegten Höchstgehalt, wenn der Durchschnitt unter Berücksichtigung der Messungenauigkeit und der Berichtigung um die Wiederfindungsrate den Höchstgehalt zweifelsfrei überschreitet.

ANHANG II

PROBENVORBEREITUNG UND KRITERIEN FÜR DIE ANALYSEVERFAHREN ZUR AMTLICHEN KONTROLLE DER ZINNGEHALTE IN LEBENSMITTELN IN DOSEN**1. Vorsichtsmaßnahmen und allgemeine Überlegungen in Bezug auf Zinn**

Hauptaufgabe der Probenahme ist es, eine repräsentative und homogene Laborprobe ohne Sekundärkontamination zu erhalten.

Die die Analyse durchführende Person sollte sicherstellen, dass die Proben nicht während der Probenvorbereitung kontaminiert werden. So weit wie möglich sollten Apparaturen, die mit der Probe in Berührung kommen, aus inerten Materialien bestehen, also etwa aus Kunststoffen wie Polypropylen, PTFE usw., und diese sollten mit einer Säure gereinigt werden, um das Risiko einer Kontamination auf ein Mindestmaß zu begrenzen. Für Schneidwerkzeuge kann hochwertiger Edelstahl verwendet werden.

Alle dem Labor zugesandten Probenmaterialien sind für die Vorbereitung des Untersuchungsmaterials zu verwenden. Nur sehr sorgfältig homogenisierte Proben ermöglichen reproduzierbare Ergebnisse.

Es gibt viele zufrieden stellende Probenvorbereitungsverfahren, die eingesetzt werden können. In der CEN-Norm „Lebensmittel — Bestimmung von Spurenelementen — Leistungskriterien und allgemeine Überlegungen“ sind Verfahren aufgeführt, die sich als zufrieden stellend erwiesen haben (Quelle 1); andere Verfahren können jedoch ebenfalls gültig sein.

2. Behandlung der im Labor eingegangenen Probe

Die gesamte Sammelprobe ist nach einem Verfahren, das nachweislich eine vollständige Homogenisierung gewährleistet, (gegebenenfalls) fein zu zermahlen und sorgfältig zu vermischen.

3. Untergliederung von Proben für Bestätigungs-, Handels- (Rechtfertigungs-) und Schiedszwecke

Die Parallelproben für Bestätigungs-, Handels- (Rechtfertigungs-) und Schiedszwecke sind aus der homogenisierten Laborprobe zu entnehmen, sofern dies nicht gegen die Probenahmevervorschriften des Mitgliedstaats verstößt.

4. Vom Labor anzuwendendes Analyseverfahren und Kontrollanforderungen**4.1. Definitionen**

Nachstehend eine Reihe der gebräuchlichsten Definitionen, die das Labor verwenden sollte:

r = Wiederholbarkeit: der Wert, unterhalb dessen man die absolute Differenz zwischen zwei einzelnen Prüfergebnissen, die unter Wiederholbarkeitsbedingungen (d. h. dieselbe Probe, derselbe Prüfer, dasselbe Gerät, dasselbe Labor, kurze Zeitspanne) erzielt werden, mit einer vorgegebenen Wahrscheinlichkeit (im Regelfall 95 %) erwarten darf, so dass $r = 2,8 \times s_r$.

s_r = Standardabweichung, berechnet aus unter Wiederholbarkeitsbedingungen ermittelten Ergebnissen.

RSD_r = relative Standardabweichung, berechnet aus unter Wiederholbarkeitsbedingungen ermittelten Ergebnissen $[(s_r/\bar{x}) \times 100]$, wobei \bar{x} den Durchschnitt der Ergebnisse aller Labors und Proben darstellt.

R = Reproduzierbarkeit: der Wert, unterhalb dessen man die absolute Differenz zwischen einzelnen Prüfergebnissen, die unter Reproduzierbarkeitsbedingungen (d. h. an identischem Material von Prüfern in verschiedenen Labors nach dem standardisierten Testverfahren) erzielt werden, mit einer vorgegebenen Wahrscheinlichkeit (in der Regel 95 %) erwarten darf, so dass $R = 2,8 \times s_R$.

s_R = Standardabweichung, berechnet aus unter Reproduzierbarkeitsbedingungen ermittelten Ergebnissen.

RSD_R = relative Standardabweichung, berechnet aus unter Reproduzierbarkeitsbedingungen $[(s_R/\bar{x}) \times 100]$ ermittelten Ergebnissen.

$HORRAT_r$ = die ermittelte RSD_r geteilt durch den RSD_r -Wert, geschätzt nach der Horwitz-Gleichung unter Verwendung der Annahme $r = 0,66R$.

$HORRAT_R$ = der ermittelte RSD_R -Wert geteilt durch den RSD_r -Wert, berechnet nach der Horwitz-Gleichung (Quelle 2).

U = die erweiterte Messunsicherheit bei einem Erweiterungsfaktor von 2, der zu einem Grad des Vertrauens von ca. 95 % führt.

4.2. *Allgemeine Vorschriften*

Die für Lebensmittelkontrollzwecke eingesetzten Analysemethoden müssen mit den Bestimmungen der Nummern 1 und 2 des Anhangs der Richtlinie 85/591/EWG des Rates vom 20. Dezember 1985 zur Einführung gemeinschaftlicher Probenahmeverfahren und Analysemethoden für die Kontrolle von Lebensmitteln übereinstimmen.

4.3. *Spezifische Vorschriften*

Sofern auf Gemeinschaftsebene keine spezifischen Verfahren für die Bestimmung von Zinngehalten in Lebensmittelkonserven vorgeschrieben sind, können Labors ein beliebiges validiertes Verfahren auswählen, wenn es die Kriterien in Tabelle 2 erfüllt. Die Validierung sollte idealerweise zertifiziertes Referenzmaterial einschließen.

Tabelle 2

Leistungskriterien für Analysemethoden für Zinn

Parameter	Wert/Kommentar
Anwendungsbereich	Lebensmittel gemäß der Verordnung (EG) Nr. 242/2004
Nachweisgrenze	Nicht mehr als 5 mg/kg
Quantifizierungsgrenze	Nicht mehr als 10 mg/kg
Präzision	HORRAT _T - oder HORRAT _R -Werte von weniger als 1,5 gemäß Ringversuch
Wiederfindungsrate	80 %-105 % (gemäß Ringversuch)
Spezifität	Frei von Matrix- oder spektralen Interferenzen

4.3.1. Leistungskriterien — das Konzept der Ungenauigkeitsfunktion

Die Eignung der vom Labor zu verwendenden Analysemethode kann jedoch auch mittels eines Ungenauigkeitsansatzes bewertet werden. Das Labor kann eine Methode einsetzen, die Ergebnisse mit einer maximalen Standardungenauigkeit liefert. Die maximale Standardungenauigkeit ergibt sich aus der nachstehenden Formel:

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

wobei:

U_f die maximale Standardungenauigkeit,

LOD die Nachweisgrenze der Methode,

C die jeweilige Konzentration.

Liefert eine Analysemethode Ergebnisse mit Messungenauigkeiten, die unter der maximalen Standardungenauigkeit liegen, gilt die Methode als gleichermaßen geeignet wie eine Methode, die die Leistungskriterien in Tabelle 2 erfüllt.

4.4. *Berechnung der Wiederfindungsrate und Angabe der Ergebnisse*

Das Analyseergebnis kann entweder um die Wiederfindungsrate berichtigt oder unberichtigt angegeben werden. Die Art der Angabe und die Wiederfindungsrate sind mitzuteilen. Das berichtigte Analyseergebnis wird verwendet, um die Einhaltung der Vorschriften zu überprüfen (siehe Anhang I Nummer 5).

Die die Analyse durchführende Person sollte die „Harmonisierten Richtlinien für die Anwendung der Wiederfindungsraten zur Berichtigung analytischer Messungen“ (Quelle 3), die unter Federführung der IUPAC/ISO/AOAC erarbeitet wurden, berücksichtigen. Diese Richtlinien stellen eine Hilfe hinsichtlich der Bestimmung der Wiederfindungsrate dar.

Das Analyseergebnis ist als $x \pm U$ anzugeben, wobei x das Analyseergebnis und U die Messungenauigkeit darstellen.

4.5. *Laborqualitätsnormen*

Laboratorien müssen den Bestimmungen der Richtlinie 93/99/EWG des Rates vom 29. Oktober 1993 über zusätzliche Maßnahmen im Bereich der amtlichen Lebensmittelüberwachung entsprechen.

4.6. Sonstige Überlegungen hinsichtlich der Analyse

Eignungsprüfung

Teilnahme an Eignungsprüfungsprogrammen gemäß dem „Internationalen harmonisierten Protokoll für fachkundiges Testen von (chemischen) Analyselaboratorien“ (Quelle 4), die unter Federführung der IUPAC/ISO/AOAC erarbeitet wurden.

Einige dieser Programme enthalten insbesondere die Bestimmung von Zinn in Lebensmitteln, so dass die Teilnahme an einem solchen Programm eher empfohlen wird als an einem allgemeinen Programm zur Bestimmung von Metallen in Lebensmitteln.

Interne Qualitätskontrolle

Die Laboratorien sollten in der Lage sein, den Nachweis zu erbringen, dass sie über interne Qualitätskontrollverfahren verfügen. Beispiele hierfür sind die International harmonisierten Richtlinien für Interne Qualitätskontrolle in Laboratorien für analytische Chemie der ISO/AOAC/IUPAC (Quelle 5).

Probenvorbereitung

Es ist darauf zu achten, dass der gesamte Zinn in der Probe zwecks Analyse in die Lösung eingeht. Insbesondere wird darauf hingewiesen, dass das Verfahren zur Lösung der Probe so ablaufen muss, dass keine hydrolysierten SnIV-Verbindungen (also etwa Zinnoxid SnO_2 , $\text{Sn}(\text{OH})_4$, $\text{SnO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$) ausgefällt werden.

Die vorbereiteten Proben sind in 5 mol/l HCl aufzubewahren. SnCl_4 ist jedoch leicht flüchtig, daher sollten die Lösungen nicht gekocht werden.

QUELLEN

1. BS EN 13804:2002, Foodstuffs — Determination of trace elements — Performance criteria, general considerations and sample preparation, CEN, Rue de Stassart 36, B-1050 Brüssel.
 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. Herausgeber Michael Thompson, Steven L. R. Ellison, Ales Fajgelj, Paul Willetts und Roger Wood, Pure Appl. Chem., 1999, 71, 337-348.
 4. ISO/AOAC/IUPAC International Harmonised Protocol for Proficiency Testing of (Chemical) Analytical Laboratories, herausgegeben von M. Thompson und R. Wood, Pure Appl. Chem., 1993, 65, 2123-2144 (auch veröffentlicht in J. AOAC International, 1993, 76, 926).
 5. ISO/AOAC/IUPAC International Harmonised Guidelines for Internal Quality Control in Analytical Chemistry Laboratories, herausgegeben von M. Thompson und R. Wood, Pure Appl. Chem., 1995, 67, 649-666.
-