

**DIRETTIVA 2004/16/CE DELLA COMMISSIONE**  
del 12 febbraio 2004

**che fissa le modalità di prelievo dei campioni e i metodi di analisi per il controllo ufficiale del tenore di stagno nei prodotti alimentari in scatola**

(Testo rilevante ai fini del SEE)

LA COMMISSIONE DELLE COMUNITÀ EUROPEE,

visto il trattato che istituisce la Comunità europea,

vista la direttiva 85/591/CEE del Consiglio del 20 dicembre 1985 concernente l'istituzione di modalità di prelievo dei campioni e di metodi d'analisi comunitari per il controllo dei prodotti destinati all'alimentazione umana<sup>(1)</sup>, modificata dal regolamento (CE) n. 1882/2003 del Parlamento europeo e del Consiglio<sup>(2)</sup>, e in particolare l'articolo 1,

considerando quanto segue:

(1) Il regolamento (CE) n. 466/2001 della Commissione, dell'8 marzo 2001, che definisce i tenori massimi di taluni contaminanti presenti nei prodotti alimentari<sup>(3)</sup>, modificato da ultimo dal regolamento (CE) n. 242/2004 della Commissione<sup>(4)</sup>, stabilisce il limite massimo del tenore di stagno inorganico nei prodotti alimentari in scatola e fa riferimento a una serie di modalità per il prelievo dei campioni e i metodi di analisi da usare.

(2) La direttiva 93/99/CEE del Consiglio, del 29 ottobre 1993, riguardante misure supplementari in merito al controllo ufficiale dei prodotti alimentari<sup>(5)</sup>, modificato dal regolamento (CE) n. 1882/2003, introduce un sistema di norme di qualità per i laboratori cui gli Stati membri affidano il controllo ufficiale dei prodotti alimentari.

(3) È necessario fissare i criteri generali che il metodo di analisi deve soddisfare affinché i laboratori, incaricati del controllo, usino metodi di analisi con livelli di prestazione comparabili. È poi molto importante che i risultati delle analisi siano rilevati e interpretati in modo uniforme per consentire un approccio normativo armonizzato in tutta l'UE. Queste norme interpretative si applicano ai risultati delle analisi ottenuti sul campione per il controllo ufficiale. In giudizio, si applicano le norme nazionali.

(4) Regole di campionamento e metodi di analisi sono stati elaborati in base alle attuali conoscenze e possono essere modificati per tener conto dei progressi scientifici e tecnologici. I metodi per analizzare lo stagno totale sono appropriati per i controlli sullo stagno inorganico. La possibile presenza di forme organiche di stagno è considerata trascurabile rispetto ai livelli massimi fissati per lo stagno inorganico.

(5) I provvedimenti di cui alla presente direttiva sono conformi al parere del comitato permanente per la catena alimentare e la salute degli animali,

HA APPROVATO LA PRESENTE DIRETTIVA:

*Articolo 1*

Gli Stati membri adottano i provvedimenti necessari affinché il campionamento per il controllo ufficiale del tenore di stagno nei prodotti alimentari avvenga conformemente ai metodi descritti nell'allegato I alla presente direttiva.

*Articolo 2*

Gli Stati membri adottano i provvedimenti necessari affinché la preparazione del campione e i metodi di analisi usati per il controllo ufficiale del tenore di stagno nei prodotti alimentari soddisfino i criteri descritti nell'allegato II alla presente direttiva.

*Articolo 3*

Gli Stati membri mettono in vigore le disposizioni legislative, regolamentari e amministrative necessarie per conformarsi alla presente direttiva entro il 31 dicembre 2004. Essi comunicano immediatamente alla Commissione il testo di tali disposizioni e una tabella delle correlazioni tra esse e la presente direttiva.

<sup>(1)</sup> GU L 372 del 31.12.1985, pag. 50.

<sup>(2)</sup> GU L 284 del 31.10.2003, pag. 1.

<sup>(3)</sup> GU L 77 del 16.3.2001, pag. 1.

<sup>(4)</sup> Cfr. pagina 3 della presente Gazzetta ufficiale.

<sup>(5)</sup> GU L 290 del 24.11.1993, pag. 14.

Le disposizioni adottate dagli Stati membri conterranno un riferimento alla presente direttiva o saranno corredate di siffatto riferimento in occasione della loro pubblicazione ufficiale. Le modalità del riferimento sono decise dagli Stati membri.

*Articolo 4*

La presente direttiva entrerà in vigore il ventesimo giorno successivo a quello della sua pubblicazione nella *Gazzetta ufficiale dell'Unione europea*.

Gli Stati membri sono destinatari della presente direttiva.

Fatto a Bruxelles, il 12 febbraio 2004.

*Per la Commissione*

David BYRNE

*Membro della Commissione*

\_\_\_\_\_

## ALLEGATO I

**METODI DI PRELIEVO DEI CAMPIONI PER IL CONTROLLO UFFICIALE DEL TENORE DI STAGNO NEI PRODOTTI ALIMENTARI IN SCATOLA****1. Campo di applicazione e scopi**

I campioni destinati al controllo ufficiale del tenore di stagno nei prodotti alimentari in scatola vanno prelevati secondo i metodi qui descritti. I campioni aggregati così ottenuti saranno ritenuti rappresentativi dei lotti. La conformità con i livelli massimi fissati dal regolamento (CE) n. 466/2001 della Commissione viene stabilita in base al tenore rilevato nei campioni di laboratorio.

**2. Definizioni**

- Lotto: quantità identificabile di un prodotto alimentare consegnata in una volta, di cui il funzionario ha accertato caratteristiche comuni, come origine, varietà, tipo d'imballaggio, imballatore, speditore o marcatura.
- Sottolotto: parte definita di un lotto cui si applica il metodo di campionamento. I sottolotti sono fisicamente separati e identificabili.
- Campione elementare: quantità di materiale prelevata da un punto del lotto o del sottolotto.
- Campione aggregato: aggregazione di tutti i campioni elementari prelevati dal lotto o dal sottolotto.
- Campione di laboratorio: campione destinato al laboratorio.

**3. Disposizioni generali****3.1. Personale**

Il prelievo dei campioni viene effettuato da una persona designata secondo le norme degli Stati membri.

**3.2. Prodotti che rientrano nel campione**

Ogni lotto da esaminare sarà oggetto di un campionamento separato.

**3.3. Precauzioni**

Nel corso del campionamento e della preparazione dei campioni vanno prese precauzioni per evitare ogni cambiamento che influisca sul tenore di stagno, comprometta l'analisi o renda non rappresentativi i campioni aggregati.

**3.4. Campioni elementari**

Per quanto possibile i campioni elementari vanno prelevati da diversi punti distribuiti in tutto il lotto o il sottolotto. Eventuali deroghe da questa procedura vanno messe a verbale.

**3.5. Preparazione del campione aggregato**

Il campione aggregato viene composto unendo tutti i campioni elementari. Il campione aggregato viene reso omogeneo in laboratorio.

**3.6. Repliche dei campioni di laboratorio**

Campioni identici di laboratorio destinati a controllo normativo, difesa commerciale e arbitraggio vanno prelevati dal campione aggregato reso omogeneo purché ciò non confligga con norme di campionamento degli Stati membri.

**3.7. Imballaggio e invio dei campioni**

I campioni vanno posti in recipienti puliti, di materiale inerte, dove siano adeguatamente protetti da contaminazioni e da danni dovuti al trasporto. Prendere ogni precauzione per evitare cambiamenti nella composizione del campione durante il trasporto o il magazzinaggio.

### 3.8. Sigillatura ed etichettatura dei campioni

I campioni destinati a un uso ufficiale vanno sigillati sul luogo dove avviene il prelievo ed identificati ai sensi delle norme dello Stato membro.

Per consentire l'identificazione certa di ogni lotto, registrare data e luogo in cui è stato effettuato ciascun prelievo ed eventuali altre informazioni che possano essere utile all'analista.

## 4. Piano di campionamento

Il metodo di campionamento deve garantire che il campione aggregato sia rappresentativo del lotto da controllare.

### 4.1. Numero di campioni elementari

Dalla tabella 1 si ricava il numero minimo di campioni elementari da prelevare dalle scatole di un lotto. Di peso simile uno all'altro, essi daranno luogo a un campione aggregato (cfr. punto 3.5).

Tabella 1

#### Numero di scatole (campioni elementari) necessario a formare il campione aggregato

Numero di scatole nel lotto o sottolotto	Numero di scatole necessarie
1 – 25	almeno 1 scatola
26 – 100	almeno 2 scatole
> 100	5 scatole

Si noti che i livelli massimi si riferiscono al contenuto di ciascuna scatola, ma per la riuscita delle prove è necessario adottare un approccio di tipo «campione aggregato». Se il risultato della prova sul campione aggregato è inferiore ma vicino al livello massimo e se si sospetta che singole scatole lo superino, allora può essere necessario effettuare ulteriori indagini.

### 4.2. Campionamento a livello del commercio al minuto

Il campionamento dei prodotti alimentari a livello del commercio al minuto va effettuato rispettando le disposizioni di cui sopra. Se ciò non fosse possibile, si può ricorrere ad altre procedure di campionamento altrettanto efficaci — purché sia garantita la rappresentatività del lotto campionato.

## 5. Rispondenza alle specifiche del lotto o del sottolotto

Il laboratorio di controllo analizzerà il campione da laboratorio per controlli normativi in almeno due analisi indipendenti e calcolerà la media dei risultati.

Il lotto viene accettato se la media non supera il tenore massimo rispettivo [ai sensi del regolamento (CE) n. 466/2001] tenendo conto dell'imprecisione delle misure e delle correzioni a titolo di recupero.

Il lotto non rispetta il tenore massimo [ai sensi del regolamento (CE) 466/2001] se la media supera il tenore massimo al di là di ogni ragionevole dubbio tenendo conto dell'imprecisione delle misure e la correzione a titolo di recupero.

## ALLEGATO II

**PREPARAZIONE DEL CAMPIONE E CRITERI DEI METODI DI ANALISI USATI NEL CONTROLLO UFFICIALE DEL TENORE DI STAGNO NEI PRODOTTI ALIMENTARI IN SCATOLA****1. Precauzioni e considerazioni generali riguardanti lo stagno**

È innanzitutto necessario ottenere un campione da laboratorio rappresentativo ed omogeneo senza introdurre contaminazioni secondarie.

L'analista deve assicurarsi che i campioni non si contaminino durante la loro preparazione. Se possibile, è bene che le apparecchiature che entrano in contatto con il campione siano fatte di materiali inerti, per esempio di plastica come polipropilene, PTFE, ecc., e che siano pulite con acido per minimizzare i rischi di contaminazione. Per le lame usare acciaio inossidabile di alta qualità.

Per preparare il materiale di prova va usato l'intero campione che il laboratorio riceve. Solo campioni molto finemente omogeneizzati danno risultati riproducibili.

Tra i vari procedimenti specifici usati con soddisfazione per preparare il campione, quelli descritti nella norma CEN «Determination of trace elements — Performance criteria and general consideration» (nota 1) hanno dato buoni risultati ma ne esistono di altrettanto validi.

**2. Trattamento del campione pervenuto al laboratorio**

L'intero campione aggregato va finemente frantumato (se necessario) e accuratamente mescolato con un procedimento che garantisca una omogeneizzazione completa.

**3. Suddivisione dei campioni destinati a controlli normativi e a scopi di difesa**

Campioni identici di laboratorio destinati a controllo normativo, difesa commerciale e arbitraggio vanno prelevati dal campione aggregato reso omogeneo purché ciò non confligga con norme di campionamento degli Stati membri.

**4. Metodo delle analisi di laboratorio e requisiti di controllo del laboratorio****4.1. Definizioni**

Il laboratorio si atterrà alle definizioni, di uso peraltro assai diffuso, che seguono:

$r$  = ripetibilità, il valore sotto il quale è attendibile che la differenza assoluta tra i risultati di 2 prove singole, ottenuti in condizioni di ripetibilità (cioè, stesso campione, stesso operatore, stesse apparecchiature, stesso laboratorio e breve intervallo di tempo), si collochi nell'ambito di una probabilità specifica (di solito, 95 %), da cui  $r = 2,8 \times s_r$ .

$s_r$  = scarto quadratico medio, calcolato su risultati ottenuti in condizioni di ripetibilità.

$RSD_r$  = scarto quadratico medio relativo, calcolato su risultati ottenuti in condizioni di ripetibilità  $[(s_r/\bar{x}) \times 100]$ , in cui  $\bar{x}$  è la media dei risultati di tutti i laboratori e i campioni.

$R$  = riproducibilità, il valore sotto il quale è attendibile che la differenza assoluta tra i risultati di prove singole, ottenuti in condizioni di riproducibilità (cioè, con il metodo di prova standardizzato su materiale identico fornito da operatori di laboratori diversi), si collochi nell'ambito di una determinata probabilità (di solito, 95 %);  $R = 2,8 \times s_R$ .

$s_R$  = scarto quadratico medio, calcolato su risultati ottenuti in condizioni di riproducibilità.

$RSD_R$  = scarto quadratico medio relativo, calcolato su risultati ottenuti in condizioni di riproducibilità  $[(s_R/\bar{x}) \times 100]$ .

$HORRAT_r$  = l' $RSD_r$  osservato, diviso per l' $RSD_r$  stimato in base all'equazione di Horwitz nell'ipotesi  $r = 0,66R$ .

$HORRAT_R$  = il valore di  $RSD_R$  osservato, diviso per l' $RSD_R$  calcolato in base all'equazione di Horwitz (nota 2).

$U$  = l'imprecisione ampliata che, applicando un fattore di copertura di 2, dà un livello di sicurezza del 95 % circa.

4.2. *Regole generali*

I metodi d'analisi usati per il controllo dei prodotti alimentari devono soddisfare le norme di cui alle voci 1 e 2 dell'allegato alla direttiva 85/591/CEE del Consiglio, del 20 dicembre 1985, concernente l'istituzione di modalità di prelievo dei campioni e di metodi d'analisi comunitari per il controllo dei prodotti destinati all'alimentazione umana.

4.3. *Regole specifiche*

Se a livello comunitario non è prescritto alcun metodo specifico per rilevare il tenore di stagno nei prodotti alimentari in scatola, i laboratori possono scegliere qualsiasi metodo convalidato che soddisfi i criteri di prestazione della tabella 2. L'ideale sarebbe che la convalida comprenda un materiale di riferimento certificato.

Tabella 2

**Criteri di rilevamento per metodi di analisi dello stagno**

Parametro	Valore/commento
Applicabilità	Prodotti alimentari precisati nel regolamento (CE) n. 242/2004
Limite di determinazione	Non più di 5 mg/kg
Limite di quantificazione	Non più di 10 mg/kg
Precisione	Valori di HORRAT <sub>r</sub> o di HORRAT <sub>R</sub> inferiori a 1,5 nella prova collettiva di convalida
Recupero	80 %-105 % (come indicato nella prova collettiva)
Specificità	Esente da interferenze dovute a matrice o spettrali

4.3.1. *Criteri di rilevamento — Approccio alla funzione d'imprecisione*

Tuttavia, per valutare l'idoneità del metodo d'analisi del laboratorio deve usare si può anche ricorrere a un approccio d'imprecisione. Il laboratorio può usare un metodo che fornirà i risultati nell'ambito di un'imprecisione massima standard. Si può calcolare tale imprecisione massima standard con la seguente formula:

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

in cui:

$Uf$  è l'imprecisione massima standard

$LOD$  è il limite di determinazione del metodo

$C$  è la concentrazione che presenta un interesse

Se un metodo d'analisi dà risultati d'imprecisione inferiori all'imprecisione massima standard, esso sarà altrettanto utilizzabile di un altro che soddisfa le caratteristiche di rilevamento della tabella 2.

4.4. *Calcolo del tasso di recupero e registrazione dei risultati*

Il risultato dell'analisi va registrato con e senza correzione a titolo di recupero. Vanno indicate le modalità di registrazione e il livello del tasso di recupero. Il risultato dell'analisi corretto a titolo del tasso di recupero serve al controllo della rispondenza (cfr. allegato I, punto 5).

L'analista terrà nel debito conto le «Harmonised Guidelines for the Use of Recovery Information in Analytical Measurement» (nota 3) sviluppate nell'ambito di IUPAC/ISO/AOAC, assai utili quando si fissano i fattori di recupero.

Il risultato dell'analisi va riferito come  $x \pm U$ , in cui  $x$  è il risultato dell'analisi e  $U$  è l'imprecisione delle misure.

4.5. *Norme di qualità del laboratorio*

I laboratori devono conformarsi alla direttiva 93/99/CEE del Consiglio, del 29 ottobre 1993, riguardante misure supplementari in merito al controllo ufficiale dei prodotti alimentari.

#### 4.6. Altre considerazioni per l'analisi

##### Test di competenza

Partecipazione ad adeguati programmi di prova della competenza, conformi all'«International Harmonised Protocol for the Proficiency Testing of (Chemical) Analytical Laboratories» (nota 4), sviluppato nell'ambito di IUPAC/ISO/AOAC.

Taluni programmi comprendono specificatamente la determinazione del tenore di stagno nei prodotti alimentari e si raccomanda di partecipare ad essi piuttosto che a programmi generali volti a determinare il tenore dei metalli nei prodotti alimentari.

##### Controlli di qualità interni

I laboratori devono dimostrare di aver istituito procedimenti interni di controllo della qualità come, ad esempio, le «ISO/AOAC/IUPAC Guidelines on Internal Quality Control in Analytical Chemistry Laboratories» (nota 5).

##### Preparazione del campione

Si porrà la massima cura nel far sì che tutto lo stagno del campione rientri nella soluzione per l'analisi, garantendo, in particolare, che il procedimento di dissoluzione del campione sia tale che nessuna specie idrolizzata SnIV sia precipitata (specie, cioè, come l'ossido di stagno  $\text{SnO}_2$ ,  $\text{Sn(OH)}_4$ ,  $\text{SnO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ).

Conservare i campioni pronti in 5 mol/l HCl. Tuttavia, il  $\text{SnCl}_4$  è assai volatile; le soluzioni non vanno perciò bollite.

#### BIBLIOGRAFIA

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.
-