

32004L0016

2004 2 13

EUROPOS SĄJUNGOS OFICIALUSIS LEIDINYS

L 42/16

KOMISIJOS DIREKTYVA 2004/16/EB**2004 m. vasario 12 d.****nustatanti alavo kiekių konservuotuose maisto produktuose oficialios kontrolės mėginių ėmimo metodus ir analizės metodus****(tekstas svarbus EEE)**

EUROPOS BENDRIJŲ KOMISIJA,

oficialios kontrolės mėginio analizės rezultatui. Atliekant analizę gynybos arba arbitražo tikslais, taikomos nacionalinės taisyklės.

atsižvelgdama į Europos bendrijos steigimo sutartį,

atsižvelgdama į 1985 m. gruodžio 20 d. Tarybos direktyvą 85/591/EEB dėl Bendrijos mėginių ėmimo ir analizės metodų įvedimo vykdant žmonėms vartoti skirtų maisto produktų monitoringą ⁽¹⁾ su pakeitimais, padarytais Europos Parlamento ir Tarybos reglamentu (EB) Nr. 1882/2003 ⁽²⁾, ypač į jos 1 straipsnį,

- (4) Nuostatos dėl mėginių ėmimo ir analizės metodų buvo parengtos remiantis naujausia informacija ir gali būti derinamos atsižvelgiant į mokslo ir technikos pažangą; Analizės metodai, naudojami visam alavo kiekiui nustatyti, yra tinkami neorganinio alavo kontrolei. Galimas organinių alavo formų buvimas laikomas nereikšmingu lyginant su didžiausiais nustatytais neorganinio alavo kiekiais.

kadangi:

- (5) Šioje direktyvoje numatytos priemonės atitinka Maisto grandinės ir gyvūnų sveikatos nuolatinio komiteto nuomonę,

- (1) 2001 m. kovo 8 d. Komisijos reglamentas (EB) Nr. 466/2001, nustatantis didžiausius leistinus tam tikrų teršalų maisto produktuose kiekius ⁽³⁾, su paskutiniais pakeitimais, padarytais Reglamentu (EB) Nr. 242/2004 ⁽⁴⁾, nustato didžiausius neorganinio alavo kiekius konservuotuose maisto produktuose ir daro nuorodą į priemones, nustatančias mėginių ėmimo ir analizės metodus, kurie turi būti naudojami.

PRIĖMĖ ŠIĄ DIREKTYVĄ:

1 straipsnis

Valstybės narės imasi visų būtinų priemonių, kad užtikrintų, jog mėginiai alavo kiekių maisto produktuose oficialiai kontrolei atlikti būtų imami taikant šios direktyvos I priede aprašytus metodus.

- (2) 1993 m. spalio 29 d. Tarybos direktyva 93/99/EEB dėl papildomų oficialios maisto produktų kontrolės priemonių ⁽⁵⁾ su paskutiniais pakeitimais, padarytais Reglamentu (EB) Nr. 1882/2003, laboratorijoms, kurioms valstybės narės pavedė oficialiai kontroliuoti maisto produktus, įvedama kokybės standartų sistema.

2 straipsnis

Valstybės narės imasi visų būtinų priemonių, kad užtikrintų, jog mėginių ruošimas ir jų analizės metodai, naudojami atliekant alavo kiekių maisto produktuose oficialią kontrolę, atitiktų šios direktyvos II priede aprašytus kriterijus.

- (3) Reikėtų nustatyti bendrus kriterijus, kuriuos analizės metodas turi atitikti, kad būtų užtikrinta, jog laboratorijų, kurioms pavesta kontrolė, taikomų analizės metodų rezultatų charakteristikos būtų palyginamos. Be to, itin svarbu, kad analizės rezultatai būtų pranešami ir aiškinami vieno- dais, kad būtų užtikrintas suderintas įgyvendinimas visoje Europos Sąjungoje. Šios aiškinimo taisyklės taikomos

3 straipsnis

Valstybės narės priima įstatymus ir kitus teisės aktus, kurie, įsigalioję iki 2004 m. gruodžio 31 d., įgyvendina šią direktyvą. Jos nedelsdamos pateikia Komisijai tų nuostatų tekstą ir tų nuostatų bei šios direktyvos koreliacinę lentelę.

Valstybės narės, priimdamos šias nuostatas, daro jose nuorodą į šią direktyvą arba tokia nuoroda daroma jas oficialiai skelbiant. Nuorodos darymo tvarką nustato valstybės narės.

⁽¹⁾ OL L 372, 1985 12 31, p. 50.

⁽²⁾ OL L 284, 2003 10 31, p. 1.

⁽³⁾ OL L 77, 2001 3 16, p. 1.

⁽⁴⁾ Žr. šio Oficialiojo leidinio 3 puslapį.

⁽⁵⁾ OL L 290, 1993 11 24, p. 14.

4 straipsnis

Ši direktyva įsigalioja dvidešimtą dieną nuo jos paskelbimo *Europos Sąjungos oficialiajame leidinyje*.

Ši direktyva skirta valstybėms narėms.

Priimta Briuselyje 2004 m. vasario 12 d.

Komisijos vardu

David BYRNE

Komisijos narys

I PRIEDAS

ALAVO KIEKIŲ KONSERVUOTUOSE MAISTO PRODUKTUOSE OFICIALIOS KONTROLĖS MĖGINIŲ ĖMIMO METODAI**1. Tikslas ir taikymo sritis**

Mėginiai, skirti alavo kiekių konservuotuose maisto produktuose oficialiam patikrinimui, imami naudojant toliau aprašytus metodus. Šitokiu būdu paimti jungtiniai mėginiai laikomi tipiniais siuntų mėginiais. Atitinkamumas Komisijos reglamente (EB) Nr. 466/2001 nustatytiems didžiausiems leistiniams kiekiams nustatomas remiantis kiekiais, nustatytais iš laboratorinių mėginių.

2. Sąvokų apibrėžimai

Siunta: vienu metu pristatytų maisto produktų, turinčių, kaip nustatė pareigūnas, bendrų požymių, pvz., vienodą kilmę, rūšį, įpakavimą, tą patį pakuotoją, siuntėją arba vienodus ženklus, aiškų kiekį.

Siuntos dalis: nustatyta siuntos dalis, iš kurios, taikant tam tikrą metodą, imamas mėginys. Kiekviena siuntos dalis turi būti fiziškai atskirta nuo kitų ir ją turi būti galima identifikuoti.

Atskirasis kiekis: medžiagos kiekis, paimtas iš siuntos arba jos dalies vienos vietos.

Jungtinis mėginys: visi iš siuntos arba jos dalies paimti atskirieji mėginiai.

Laboratorinis mėginys: mėginys, skirtas laboratorijai.

3. Bendrosios nuostatos**3.1. Darbuotojai**

Mėginius ima valstybės narės nurodytas įgaliotas asmuo.

3.2. Medžiaga, kurios mėginiai imami

Mėginiai imami atskirai iš kiekvienos tikrintinos siuntos.

3.3. Būtinios atsargumo priemonės

Imant ir ruošiant mėginius, būtina imtis atsargumo priemonių, kad būtų išvengta bet kokių pokyčių, kurie turėtų poveikio alavo kiekiui, neigiamai atsilieptų analitiniam nustatymui arba dėl kurių jungtiniai mėginiai prarastų savo tipiškumą.

3.4. Atskirieji mėginiai

Atskirieji mėginiai turėtų būti imami kiek įmanoma įvairesnėse siuntos arba siuntos dalių vietose. Nukrypimas nuo šios procedūros turi būti registruojamas.

3.5. Jungtinio mėginio paruošimas

Jungtinis mėginys paruošiamas sujungiant visus atskiruosius mėginius. Jungtinis mėginys homogenizuojamas laboratorijoje.

3.6. Pakartotiniai laboratoriniai mėginiai

Pakartotiniai laboratoriniai mėginiai, imami sprendimų vykdymo užtikrinimo, prekybos (gynybos) ir arbitražo tikslais, imami iš homogenizuoto jungtinio mėginio, jei tai neprieštarauja valstybių narių mėginių ėmimo taisyklėms.

3.7. Mėginių pakavimas ir perdavimas

Kiekvienas mėginys dedamas į švarų inertinį konteinerį, tinkamai apsaugantį nuo užteršimo ir pakenkimo vežant. Imamasi visų atsargumo priemonių, kad būtų išvengta bet kokio galimo mėginio sudėties pokyčio vežant ir sandėliuojant.

3.8. Mėginių plombavimas ir ženklimas etiketėmis

Kiekvienas oficialiai kontrolei paimtas mėginys plombuojamas jo ėmimo vietoje ir ženklinamas laikantis valstybės narės taisyklių.

Kiekvieną kartą imant mėginį jis registruojamas, o tai leidžia vienareikšmiškai identifikuoti siuntą, ir nurodoma mėginio paėmimo data bei vieta ir kita informacija, galinti padėti tyrėjui.

4. Mėginių ėmimo planai

Taikomas mėginių ėmimo metodas užtikrina, kad jungtinis mėginys būtų tipinis kontroliuojamos siuntos mėginys.

4.1. Atskirųjų mėginių skaičius

Atskirųjų mėginių, kurie turi būti paimti iš siuntoje esančių skardinių, mažiausias skaičius nurodytas 1 lentelėje. Iš kiekvienos dėžutės imami atskirieji mėginiai turi būti panašaus svorio ir turi sudaryti jungtinį mėginį (žr. 3.5 punktą).

1 lentelė

Skardinių (atskirųjų mėginių) skaičius, imamas jungtiniam mėginiui sudaryti

Siuntoje arba siuntos dalyje esančių skardinių skaičius	Imtinų skardinių skaičius
nuo 1 iki 25	ne mažiau kaip 1 skardinė
nuo 26 iki 100	ne mažiau kaip 2 skardinės
> 100	5 skardinės

Pažymėtina, kad didžiausi kiekiai taikomi kiekvienos skardinės turiniui, bet tyrimams atlikti būtina naudoti jungtinių mėginių ėmimą. Jeigu jungtinio mėginio tyrimo rezultatai yra nedaug mažesni už didžiausią kiekį ir jeigu įtariama, kad atskirų skardinių kiekiai gali viršyti didžiausią kiekį, gali reikėti atlikti tolesnį tyrimą.

4.2. Mėginių ėmimas mažmeninės prekybos etape

Maisto produktų mėginių ėmimas mažmeninės prekybos etape, kai tai įmanoma, turėtų būti atliekamas laikantis pirmiau išdėstytų mėginių ėmimo nuostatų. Kai tai nėra įmanoma, mažmeninės prekybos etape gali būti naudojamos kitos mėginių ėmimo procedūros, jeigu jos užtikrina pakankamą siuntos, iš kurios imami mėginiai, tipiškumą.

5. Siuntos arba siuntos dalies atitikimas specifikacijai

Kontrolės laboratorija sprendimų vykdymo užtikrinimo tikslais atlieka bent dvi atskiras laboratorinio mėginio analizes ir apskaičiuoja rezultatų vidurkį.

Siunta priimama, jeigu vidurkis neviršija atitinkamo didžiausio lygio (kaip nustatyta Reglamente (EB) Nr. 466/2001), atsižvelgiant į matavimo neapibrėžtį ir pataisą regeneravimui.

Siunta neatitinka didžiausio kiekio reikalavimo (kaip nustatyta Reglamente (EB) 466/2001), jeigu vidurkis be jokios abejonės viršija didžiausią kiekį, atsižvelgiant į matavimo neapibrėžtį ir pataisą regeneravimui.

II PRIEDAS

MĖGINIŲ RUOŠIMAS IR KITERIJAI, TAIKOMI ANALIZĖS METODAMS, NAUDOJAMIEMS OFICIALIAI TIKRINANT ALAVO KIEKIUS KONSERVUOTUOSE MAISTO PRODUKTUOSE**1. Atsargumo priemonės ir bendrosios nuostatos dėl alavo**

Pagrindinis reikalavimas yra gauti tipinį ir homogenišką laboratorinį mėginį be antrinio užteršimo.

Tyrėjas turėtų užtikrinti, kad mėginiai nebūtų užkrėsti juos ruošiant. Kai tik įmanoma, su mėginiu besiliečiantys prietaisai turėtų būti pagaminti iš inertinių medžiagų, pvz. plastikų, tokių, kaip polipropilenas, PTFE, ir pan., ir jie turėtų būti išvalyti rūgštimi siekiant sumažinti užteršimo pavojų. Kraštams nupjauti gali būti naudojamas aukštos kokybės nerūdijantis plienas.

Bandymų medžiaga turi būti ruošama iš visos mėginių medžiagos, kurią laboratorija gauna. Pakartojami rezultatai gaunami tiriant tik labai gerai homogenizuotus mėginius.

Gali būti naudojama daug įvairių patenkinamų mėginių paruošimo procedūrų. Procedūros, aprašytos CEN standarte „Mikroelementų nustatymas – Veiksmingumo kriterijai ir bendras aptarimas“ ⁽¹⁾, laikomos patenkinamomis, bet gali būti taikomos ir kitos procedūros.

2. Laboratorijoje gauto mėginio ištyrimas

Gera sumalkite (prireikus) ir išmaišykite visą jungtinį mėginį taikydami tokį technologinį procesą, pagal kurį, kaip įrodyta, mėginį galima visiškai homogenizuoti.

3. Mėginių suskirstymas sprendimų vykdymo užtikrinimo ir gynybos tikslais

Pakartotiniai mėginiai, imami sprendimų vykdymo užtikrinimo, prekybos (gynybos) ir arbitražo tikslams, imami iš homogenizuotos medžiagos, jei tai neprieštarauja valstybių narių mėginių ėmimo taisyklėms.

4. Laboratorijoje naudotinas analizės metodas ir laboratorijos kontrolės reikalavimai**4.1. Sąvokų apibrėžimai**

Toliau yra nurodyta keletas plačiausiai vartojamų sąvokų, kurias laboratorijos privalo vartoti:

r = pakartojamumas, vertė, žemiau kurios galima manyti, kad dviejų atskirų bandymų rezultatų, gautų esant pakartojamumo sąlygoms (t. y. tam pačiam mėginiui, tam pačiam vykdytojiui, tam pačiam prietaisui, tai pačiai laboratorijai ir trumpam laiko intervalui) absoliutus skirtumas atitiks tam tikrą tikimybę (paprastai 95 %), taigi $r = 2,8 \times s_r$.

s_r = standartinis nuokrypis, apskaičiuojamas pagal rezultatus, gautus pakartojamumo sąlygomis.

RSD_r = santykinis standartinis nuokrypis, apskaičiuojamas pagal rezultatus, gautus pakartotinio sąlygomis $[(s_r/\bar{x}) \times 100]$, kai x yra visų laboratorijų ir mėginių rezultatų vidurkis.

R = atkuriamumas, vertė, žemiau kurios galima manyti, kad dviejų atskirų bandymų rezultatų, gautų esant atkuriamumo sąlygoms (t. y. tokia pat medžiaga, kurią bandymo vykdytojai gavo skirtingose laboratorijose naudodami standartizuotą bandymų metodą), absoliutus skirtumas atitiks tam tikrą tikimybę (paprastai 95 %), taigi $R = 2,8 \times s_R$.

s_R = standartinis nuokrypis, apskaičiuojamas pagal rezultatus, gautus atkuriamumo sąlygomis.

RSD_R = santykinis standartinis nuokrypis, apskaičiuojamas pagal rezultatus, gautus atkuriamumo sąlygomis $[(s_R/\bar{x}) \times 100]$

$HORRAT_r$ = nustatytas RSD_r , padalintas iš RSD_r vertės, įvertintos naudojant Horvico lygtį ir laikant, kad $r = 0,66R$.

$HORRAT_R$ = nustatyta RSD_R vertė, padalinta iš RSD_R vertės, apskaičiuotos pagal Horvico lygtį (2).

U = išplėstinė neapibrėžtis, naudojant atsargos koeficientą 2, kuris leidžia gauti apytiksliai 95 % patikimumo lygį.

4.2. *Bendrieji reikalavimai*

Maisto kontrolės tikslais naudojami analizės metodai turi atitikti 1985 m. gruodžio 20 d. Tarybos direktyvos 85/591/EEB dėl Bendrijos bandinių ėmimo ir analizės metodų įvedimo vykdant žmonėms vartoti skirtų maisto produktų monitoringą priedo 1 ir 2 punktus.

4.3. *Konkretūs reikalavimai*

Jei Bendrijos lygiu nėra nustatyta konkrečių alavo kiekio konservuotuose maisto produktuose nustatymo metodų, laboratorijos gali pasirinkti bet kurį patvirtintą metodą, jeigu pasirinktas metodas atitinka 2 lentelėje nurodytus veiksmingumo kriterijus. Geriausia, kad patvirtinimas apimtų sertifikuotą etaloninę medžiagą.

2 lentelė

Analizės alavo kiekiui nustatyti veiksmingumo kriterijai

Parametras	Vertė/komentaras
Taikymo sąlygos	Reglamente (EB) Nr. 242/2004 nurodyti maisto produktai
Aptikimo riba	Ne daugiau kaip 5 mg/kg
Kiekio nustatymo riba	Ne daugiau kaip 10 mg/kg
Tikslumas	patvirtinimo tarplaboratoriniame tyrime HORRAT _r arba HORRAT _R vertės mažesnės kaip 1,5
Regeneravimas	80 % -105 % (kaip nurodyta tarplaboratoriniame tyrime)
Specifiškumas	Jokio priklausomumo nuo matricos ar spektro

4.3.1. **Veiksmingumo kriterijai – Neapibrėžties funkcija**

Tačiau vertinant laboratorijos naudojamo analizės metodo tinkamumą galima remtis ir neapibrėžtimi. Laboratorija gali naudoti metodą, kuriuo gaunami rezultatai bus didžiausios standartinės neapibrėžties ribose. Didžiausia standartinė neapibrėžtis gali būti apskaičiuota naudojant šią formulę:

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

kai:

U_f yra didžiausia standartinė neapibrėžtis

LOD yra metodo aptikimo riba

C yra dominanti koncentracija

Jeigu naudojant analizės metodą gaunami rezultatai, kurių neapibrėžties matavimai yra mažesni už didžiausią standartinę neapibrėžtį, metodas bus tinkamas kaip ir atitinkantis 2 lentelėje nurodytas veiksmingumo charakteristikas.

4.4. *Regeneravimo apskaičiavimas ir rezultatų pranešimas*

Ataskaitoje analizės rezultatai turi būti nurodomi su pataisa regeneravimui ir be jos. Turi būti aprašytas ataskaitos parengimo būdas ir išsiskyrusių medžiagų kiekis. Analizės rezultatai su pataisa regeneravimui naudojami atitikimui patikrinti (žr. I priedo 5 punktą).

Tyrėjas turėtų atkreipti dėmesį į „Suderintas gaires dėl regeneravimo informacijos naudojimo analizinuose matavimuose“ (3), parengtas vadovaujant IUPAC/ISO/AOAC. Šios gairės padeda nustatyti regeneravimo koeficientus.

Analizės rezultatas turi būti praneštas kaip $x \pm U$, kur x yra analizės rezultatas, o U – matavimo neapibrėžtis.

4.5. *Laboratorių kokybės standartai*

Laboratorijos turi laikytis 1993 m. spalio 29 d. Tarybos direktyvos 93/99/EEB dėl papildomų oficialios maisto produktų kontrolės priemonių.

4.6. Kitos analizės aplinkybės

Kvalifikacijos tikrinimas

Dalyvavimas tinkamose kvalifikacijos tikrinimo sistemose, atitinkančiose „Tarptautinių suderintą protokolą dėl (Chemijos) analizinių laboratorijų kvalifikacijos tikrinimo“ (4), parengtą globojant IUPAC/ISO/AOAC.

Kai kurios iš šių sistemų konkrečiai apima alavo kiekio maisto produktuose nustatymą ir dalyvavimas tokioje sistemoje rekomenduojamas labiau nei dalyvavimas bendroje metalų kiekio maisto produktuose nustatymo sistemose.

Vidinė kokybės kontrolė

Laboratorijos turėtų galėti pademonstruoti, kad turi nustačiusios vidinės kokybės kontrolės procedūras. Šių procedūrų pavyzdžiai pateikiami „ISO/AOAC/IUPAC Gairėse dėl analizinių chemijos laboratorijų vidinės kokybės kontrolės“ (5).

Mėginio paruošimas

Turi būti imamasi priemonių užtikrinti, kad visas mėginyje esantis alavas patektų į analizę paruoštą tirpalą. Pirmiausia yra pripažįstama, kad mėginio tirpinimo procedūra turi būti tokia, kad neiškristų nuosėdomis jokia hidrolizuoto SnIV rūšis (i.e. tokios rūšys kaip alavo oksidas SnO_2 , Sn(OH)_4 , $\text{SnO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$).

Paruošti mėginiai turėtų būti laikomi 5 mol/l HCl. Tačiau SnCl_4 yra lakus, todėl tirpalai neturėtų būti virinami.

NUORODOS

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 (Taip pat skelbta 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.