

32004L0016

13.2.2004

DZIENNIK URZĘDOWY UNII EUROPEJSKIEJ

L 42/16

DYREKTYWA KOMISJI 2004/16/WE
z dnia 12 lutego 2004 r.
ustanawiająca metody pobierania próbek i metody analizy do celów urzędowej kontroli poziomów cyny
w żywności konserwowanej
(Tekst mający znaczenie dla EOG)

KOMISJA WSPÓLNOT EUROPEJSKICH,

uwzględniając Traktat ustanawiający Wspólnotę Europejską,

uwzględniając dyrektywę Rady 85/591/EWG z dnia 20 grudnia 1985 r. dotyczącą wprowadzenia wspólnotowych metod pobierania próbek i analizy w celu monitorowania środków spożywczych przeznaczonych do spożycia przez ludzi ⁽¹⁾, zmienioną rozporządzeniem (WE) nr 1882/2003 Parlamentu Europejskiego i Rady ⁽²⁾, w szczególności jej art. 1,

a także mając na uwadze, co następuje:

- (1) Rozporządzenie Komisji (WE) nr 466/2001 z dnia 8 marca 2001 r. ustalające najwyższe dopuszczalne poziomy dla niektórych zanieczyszczeń w środkach spożywczych ⁽³⁾, ostatnio zmienione rozporządzeniem (WE) nr 242/2004 ⁽⁴⁾, ustala najwyższe dopuszczalne limity dla cyny nieorganicznej w konserwowych środkach spożywczych oraz odnosi się do środków ustanawiających pobieranie próbek i metody analizy, które należy zastosować.
- (2) Dyrektywa Rady 93/99/EWG z dnia 29 października 1993 r. w sprawie dodatkowych środków urzędowej kontroli środków spożywczych ⁽⁵⁾, zmieniona rozporządzeniem nr 1882/2003, wprowadza system norm jakości dla laboratoriów, którym Państwa Członkowskie powierzyły urzędową kontrolę środków spożywczych.
- (3) Wydaje się konieczne ustalenie ogólnych kryteriów, które powinna spełniać metoda analizy, w celu zapewnienia, że odpowiedzialne za kontrolę laboratoria wykorzystują metody analizy o porównywalnym poziomie skuteczności. Jest również ważne, aby wyniki analizy były zgłoszone i interpretowane w jednolity sposób, w celu zapewnienia zharmonizowanego sposobu wprowadzania w życie w całej Unii Europejskiej. Wymienione zasady interpretacji powinny być stosowane w odniesieniu do wyników analiz próbki dla kontroli urzędowej. W przypadku analizy do celów obrony lub odniesienia, stosuje się przepisy krajowe.

(4) Przepisy dotyczące pobierania próbek i metod analizy opracowano na podstawie aktualnej wiedzy i mogą one zostać dostosowywane w taki sposób, aby uwzględniały postępy w wiedzy naukowej i technicznej. Metody analizy całkowitej ilości cyny są właściwe dla kontroli cyny nieorganicznej. Możliwą obecność organicznych form cyny uznaje się za mającą niewielkie znaczenie w odniesieniu do najwyższych dopuszczalnych poziomów ustalonych dla cyny nieorganicznej.

(5) Środki przewidziane w niniejszej dyrektywie są zgodne z opinią Stałego Komitetu ds. Łańcucha Pokarmowego i Zdrowia Zwierząt,

PRZYJMUJE NINIEJSZĄ DYREKTYWĘ:

Artykuł 1

Państwa Członkowskie podejmują wszelkie niezbędne środki w celu zapewnienia, aby pobieranie próbek stosowane przy urzędowej kontroli poziomów cyny w środkach spożywczych było przeprowadzane według metod opisanych w załączniku I do niniejszej dyrektywy.

Artykuł 2

Państwa Członkowskie podejmują wszelkie niezbędne środki w celu zapewnienia, aby przygotowywanie próbek i metody analizy używane przy urzędowej kontroli poziomów cyny w środkach spożywczych spełniały kryteria, opisane w załączniku II do niniejszej dyrektywy.

Artykuł 3

Państwa Członkowskie wprowadzają w życie przepisy ustawowe, wykonawcze i administracyjne niezbędne do wykonania postanowień niniejszej dyrektywy do dnia 31 grudnia 2004 r. Państwa Członkowskie niezwłocznie przekazują Komisji teksty tych przepisów oraz wraz z tabelą korelacji pomiędzy tymi przepisami i niniejszą dyrektywą.

Przepisy przyjęte przez Państwa Członkowskie zawierają odniesienie do niniejszej dyrektywy lub odniesienie takie towarzyszy ich urzędowej publikacji. Metody dokonywania takiego odniesienia określane są przez Państwa Członkowskie.

⁽¹⁾ Dz.U. L 372 z 31.12.1985, str. 50.

⁽²⁾ Dz.U. L 284 z 31.10.2003, str. 1.

⁽³⁾ Dz.U. L 77 z 16.3.2001, str. 1.

⁽⁴⁾ Dz.U. L 42 z 13.2.2004, str. 3.

⁽⁵⁾ Dz.U. L 290 z 24.11.1993, str. 14.

Artykuł 4

Niniejsza dyrektywa wchodzi w życie dwudziestego dnia po jej opublikowaniu w *Dzienniku Urzędowym Unii Europejskiej*.

Niniejsza dyrektywa skierowana jest do Państw Członkowskich.

Sporządzono w Brukseli, dnia 12 lutego 2004 r.

W imieniu Komisji

David BYRNE

Członek Komisji

ZAŁĄCZNIK I

**METODY POBIERANIA PRÓBEK DO CELÓW URZĘDOWEJ KONTROLI POZIOMÓW CYNINY
W KONSERWOWYCH ŚRODKACH SPOŻYWCZYCH****1. Cel i zakres**

Próbki przeznaczone do urzędowej kontroli poziomów zawartości cyniny w konserwowych środkach spożywczych są pobierane zgodnie z metodami opisanymi poniżej. Tak uzyskane próbki łączone są uważane za reprezentatywne dla partii. Zgodność z najwyższymi dopuszczalnymi poziomami ustanowionymi w rozporządzeniu Komisji (WE) nr 466/2001 jest określona na podstawie poziomów ustalonych w próbkach laboratoryjnych.

2. Definicje

Partia: możliwa do zidentyfikowania ilość towaru żywnościowego dostarczona w tym samym czasie i uznana w sposób urzędowy jako posiadająca wspólną charakterystykę taką jak pochodzenie, odmianę, rodzaj opakowania, pakującego, nadawcę lub oznakowania.

Podpartia: wskazana część partii celem zastosowania metod pobierania próbek na wskazanej części. Każda podpartia musi być fizycznie oddzielna i możliwa do zidentyfikowania.

Próbka pierwotna: ilość materiału pobrana z pojedynczego miejsca partii lub podpartii.

Próbka zbiorcza: połączona całość z próbek pierwotnych pobranych z partii lub podpartii.

Próbka laboratoryjna: próbka przeznaczona do badań laboratoryjnych.

3. Przepisy ogólne**3.1. Personel**

Próbki pobiera osoba upoważniona, zgodnie z przepisami Państw Członkowskich.

3.2. Materiał przeznaczony do pobierania próbek

Próbki muszą być pobierane oddzielnie z każdej partii, która będzie badana.

3.3. Niezbędne środki ostrożności

W trakcie pobierania próbek oraz przygotowania próbek muszą zostać podjęte niezbędne środki ostrożności w celu uniknięcia wszelkich zmian, które mogłyby wpłynąć na zawartość cyniny, mieć niekorzystny wpływ na analityczne oznaczenie lub spowodować, że próbka łączona będzie niereprezentatywna.

3.4. Próbki pierwotne

Jeśli tylko jest to możliwe, pierwotne próbki powinny zostać pobrane w różnych miejscach rozmieszczonych w partii lub podpartii. Niestosowanie się do tej procedury musi zostać zarejestrowane w rejestrze.

3.5. Przygotowanie próbki łączonej

Próbka łączona tworzona jest poprzez łączenie próbek pierwotnych. Ta próbka łączona jest homogenizowana w laboratorium.

3.6. Równoległe próbki laboratoryjne

Równoległe próbki laboratoryjne do celów stosowania, handlu (obrony) oraz odniesienia są pobierane z homogenicznej próbki łączonej, o ile nie jest to sprzeczne z zasadami dotyczącymi pobierania próbek w danym Państwie Członkowskim.

3.7. Pakowanie i przekazywanie próbek

Każda próbka jest umieszczona w czystym, chemicznie obojętnym pojemniku, który zapewnia właściwą ochronę przed skażeniem i uszkodzeniem w trakcie przewozu. Podjęte są wszystkie niezbędne środki zaradcze w celu uniknięcia jakichkolwiek zmian w składzie próbki, które mogłyby powstać w trakcie transportu lub składowania.

3.8. *Plombowanie i etykietowanie próbek*

Każda próbka pobrana do oficjalnego użytku zostanie zaplombowana w miejscu pobrania i oznaczona zgodnie z przepisami Państwa Członkowskiego.

Każde pobieranie próbek musi być rejestrowane w celu umożliwienia jednoznacznej identyfikacji każdej próbki podając również datę oraz miejsce pobierania próbek wraz z dodatkowymi informacjami, które mogą być pomocne dla analizy.

4. **Plan pobierania próbek**

Przyjęta metoda pobierania próbek zapewnia, że próbka łączona będzie reprezentatywna dla całej kontrolowanej partii.

4.1. *Liczba próbek pierwotnych*

Najniższa liczba próbek pierwotnych pobieranych z puszek w partii jest określona w tabeli 1. Próbki pierwotne pobrane z każdej puszkii mają zbliżoną wagę razem stanowią próbkę łączoną (patrz ppkt 3.5).

Tabela 1

Liczba puszek (próbek pierwotnych) które są pobierane dla utworzenia próbki łączonej

Liczba puszek w partii lub podpartii	Liczba próbek, które należy pobrać
1–25	co najmniej 1 puszka
26–100	co najmniej 2 puszkii
> 100	5 puszek

Należy zaznaczyć, że najwyższe dopuszczalne poziomy mają zastosowanie do zawartości każdej puszkii, jednakże dla wykonalności badania konieczne jest zastosowanie próbek łączonych. Jeżeli wyniki badania próbki łączonej jest niższy od, ale bliski najwyższego dopuszczalnego poziomu i jeżeli podejrzewa się, że poszczególne puszkii mogą przekraczać najwyższy dopuszczalny poziom wówczas może być konieczne przeprowadzenie dalszych badań.

4.2. *Pobieranie próbek na etapie detalicznym*

Pobieranie próbek środków spożywczych na etapie detalicznym powinno być prowadzone, tam gdzie jest to możliwe, zgodnie z opisanymi powyżej przepisami dotyczącymi pobierania próbek. Jeśli nie jest to możliwe, inne skuteczne metody pobierania próbek na etapie detalicznym mogą być wykorzystane pod warunkiem że zapewniają one wystarczającą reprezentatywność dla partii, z której są pobierane próbki.

5. **Zgodność partii lub podpartii ze specyfikacją**

Laboratorium kontrolne analizuje próbkę laboratoryjną do celów stosowania w co najmniej dwóch niezależnych analizach i oblicza średnią z wyników.

Partia jest przyjęta, jeżeli średnia nie przekracza odpowiedniego najwyższego dopuszczalnego poziomu (jak ustanowiono w rozporządzeniu (WE) nr 466/2001) przy uwzględnieniu niepewności pomiaru i skorygowaniu na powrót do normalnego stanu.

Partia jest niezgodna z wymogiem najwyższego dopuszczalnego poziomu (ustanowionym w rozporządzeniu (WE) nr 466/2001), jeżeli średnia po skorygowaniu na powrót do normalnego stanu przekracza najwyższy dopuszczalny poziom poza wszelką wątpliwość, przy uwzględnieniu niepewności pomiaru.

ZAŁĄCZNIK II

**PRZYGOTOWANIE PRÓBKII ORAZ KRYTERIA DLA METOD ANALIZY WYKORZYSTYWANYCH DO
CELÓW URZĘDOWEJ KONTROLI POZIOMÓW CYNII W KONSERWOWYCH ŚRODKACH
SPOŻYWCZYCH**

1. Środki ostrożności i ustalenia ogólne dotyczące cyny

Podstawowym wymogiem jest uzyskanie reprezentatywnej i jednorodnej próbki laboratoryjnej bez ponownego skażenia.

Analityk powinien zapewnić, że próbki podczas przygotowania nie ulegną skażeniu. Jeśli jest to możliwe, urządzenia mające kontakt z próbką powinny być wykonane z materiału obojętnego, np. plastiku takiego jak polipropylen, PTFE itd., i powinny być oczyszczone kwasem w celu zmniejszenia ryzyka skażenia. Wysokiej jakości stal nierdzewna może być używana do krawędzi tnących.

Cały materiał otrzymany przez laboratorium jest wykorzystywany do przygotowania materiału do badań. Jedynie bardzo drobno homogenizowane próbki pozwalają na uzyskanie powtarzalnych wyników.

Może zostać użytych wiele zadowalających procedur przygotowania szczególnych próbek. Procedury opisane w normie CEN dotyczącej „Oznaczania pierwiastków śladowych - Kryteria wydajności i ustalenia ogólne” (1) zostały uznane za ^{wystarczające}, ale inne procedury mogą być jednakowo obowiązujące.

2. Obróbka próbki w stanie przyjętym do laboratorium

Drobno zemleć próbkę (gdzie stosowne) i wymieszać dokładnie całą próbkę łączoną wykorzystując proces, który uprzednio pozwolił na osiągnięcie całkowitej homogenizacji.

3. Podział próbek dla celów stosowania i obrony

Powtarzalne próbki do celów stosowania, obrotu (obrony) oraz rozjemczych są pobierane z materiału homogenicznego, o ile nie jest to sprzeczne z zasadami dotyczącymi pobierania próbek w danym Państwie Członkowskim.

4. Metody analiz stosowane w laboratorium oraz wymagania kontrolne laboratorium

4.1. Definicje

Pojęcia podane poniżej należą do najczęściej stosowanych w laboratorium:

- r = Powtarzalność, wartość poniżej której można się spodziewać, że różnica bezwzględna pomiędzy dwoma pojedynczymi wynikami badań uzyskanymi w powtarzalnych warunkach (tj. identyczna próbka, ten sam operator, ta sama aparatura, to samo laboratorium i krótki odstęp czasu) będzie zawierała się w granicach określonego prawdopodobieństwa (zwykle 95 %) i stąd $r = 2 \times s_r$
- s_r = Odchylenie standardowe, obliczane na podstawie wyników badania otrzymanych w spełnionych warunkach powtarzalności.
- RSD_r = względne odchylenie standardowe powtarzalności, obliczone na podstawie wyników otrzymanych w warunkach powtarzalności $[(s_r/\bar{x}) \times 100]$, gdzie \bar{x} jest średnią z wyników uzyskanych przez wszystkie laboratoria dla wszystkich próbek
- R = Odtwarzalność, wartość, poniżej której można się spodziewać, że różnica bezwzględna pomiędzy pojedynczymi wynikami badań uzyskanymi w odtwarzalnych warunkach (tj. na identycznym materiale uzyskanym przez operatorów w różnych laboratoriach, wykorzystując ustandaryzowane metody badań) będzie zawierać się w granicach określonego prawdopodobieństwa (zwykle 95 %) i stąd $R = 2 \times s_R$
- s_R = Odchylenie standardowe, obliczane na podstawie wyników badania uzyskanych w spełnionych warunkach odtwarzalności.
- RSD_R = Względne odchylenie standardowe odtwarzalności, obliczone na podstawie wyników otrzymanych w warunkach odtwarzalności $[(s_R/\bar{x}) \times 100]$
- $HORRAT_r$ = uzyskana wartość RSD_r podzielona przez wartość RSD_r oszacowaną na podstawie równania Horwitza przy założeniu, że $r = 0,66R$.
- $HORRAT_R$ = uzyskana wartość RSD_R podzielona przez wartość RSD_R obliczoną z równania Horwitza².
- U = poszerzona niedokładność, przy użyciu współczynnika pokrycia 2, prowadzącym do stopnia zaufania ok. 95 %

4.2. Wymagania ogólne

Metody analizy stosowane do celów kontroli żywności muszą być zgodne z przepisami pozycji 1 i 2 Załącznika do dyrektywy Rady 85/591/EWG z dnia 20 grudnia 1985 r. dotyczącej wprowadzenia wspólnotowych metod pobierania próbek i analizy w celu monitorowania środków spożywczych przeznaczonych do spożycia przez ludzi.

4.3. Wymagania szczególne

Tam, gdzie na poziomie wspólnotowym nie ma przewidzianych szczególnych metod dotyczących określenia zawartości cyny w konserwowych środki spożywczych, laboratoria mogą wybrać każdą potwierdzoną metodę pod warunkiem że wybrana metoda spełnia kryteria wydajności wskazane w tabeli 2. Zatwierdzenie powinno całkowicie obejmować certyfikowany materiał odniesienia.

Tabela 2

Kryteria wydajności dla cyny

Parametry	Wartość/Uwagi
Stosowanie	Żywność określona w rozporządzeniu (WE) nr 242/2004
Granica wykrywalności	Nie więcej niż 5 mg/kg
Granica kwantyfikacji	Nie więcej niż 10 mg/kg
Dokładność	Wartości HORRAT _r lub HORRAT _R mniejsze od 1,5 we wspólnej próbie zatwierdzającej
Odzysk	80 % do 105 % (jak wskazano we wspólnej próbie)
Specyficzność	Metoda wolna od interferencji matrycy lub interferencji spektralnych

4.3.1. Kryteria Wydajności - Podejście uwzględniające niedokładność

Jednakże podejście uwzględniające niedokładność może również być stosowane do oceny odpowiedności metody analizy której należy użyć w laboratorium. Laboratorium może użyć metody, która da wyniki mieszczące się w najwyższej standardowej niepewności. Najwyższa standardowa niepewność może być również obliczona według następującego wzoru:

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

gdzie:

Uf oznacza najwyższą standardową niepewność

LOD oznacza granicę wykrywalności metody

C oznacza stężenie będące przedmiotem zainteresowania

Jeśli metoda analityczna daje wyniki z niepewnością pomiaru mniejszą niż najwyższa standardowa niepewność, metoda ta będzie jednakowo właściwa jak metoda spełniająca kryteria wydajności określone w tabeli 2.

4.4. Obliczanie odzysku oraz przekazywanie wyników

Wyniki analityczne mogą być podawane jako poprawione lub niepoprawione o odzysk. Sposób podawania wyników oraz poziom odzysku musi zostać podany. Wynik analityczny, poprawiony o odzysk jest stosowany do kontroli zgodności (patrz pkt 5 załącznika I).

Analityk powinien uwzględnić „Ujednolicone wytyczne dotyczące uwzględniania informacji o odzysku w pomiarach analitycznych” (3) opracowane pod patronatem IUPAC/ISO/AOAC. Te wytyczne są uwzględniane przy określaniu czynników odzysku.

Wynik analityczny musi być podawany jako $x \pm U$, gdzie x jest wynikiem analitycznym a U jest niepewnością pomiaru.

4.5. Laboratoryjne normy jakości

Laboratoria muszą spełniać wymogi dyrektywy 93/99/EWG z dnia 29 października 1993 r. w sprawie dodatkowych środków urzędowej kontroli środków spożywczych.

4.6. Inne ustalenia dotyczące analizy

Kontrola biegłości

Udział we właściwych programach kontroli biegłości zgodnych z „Międzynarodowym zharmonizowanym protokołem dotyczącym badań biegłości laboratoriów analitycznych” (4) opracowanych pod patronatem IUPAC/ISO/AOAC.

Niektóre z tych programów obejmują w szczególności określenie zawartości cyny w żywności i bardziej rekomendowany jest udział w takim programie niż w programie ogólnym dotyczącym określenia zawartości metali w żywności.

Wewnętrzna kontrola jakości

Laboratoria powinny być w stanie wykazać, że posiadają wewnętrzne procedury kontroli jakości. Przykładem takich procedur są: „Wytyczne ISO/AOAC/IUPAC dotyczące wewnętrznej kontroli jakości w chemicznych laboratoriach analitycznych” (5).

Przygotowanie próbek

Należy podjąć środki ostrożności w celu zapewnienia, że cyna zawarta w próbce została umieszczona w roztworze w celu analizy. W szczególności, uznano że procedura rozpuszczenia próbki nie może dopuszczać do wytrącania się zhydrolizowanych gatunków SnIV (tj. gatunków takich jak tlenek cyny SnO_2 , $\text{Sn}(\text{OH})_4$, $\text{SnO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$).

Przechowywać gotowe próbki w 5 mol/l HCl. Jednakże SnCl_4 łatwo się ulatnia w związku z czym roztwory nie powinny być doprowadzane do wrzenia.

ODNIESIENIA

1. BS EN 13804:2002: Środki spożywcze - Określanie pierwiastków śladowych - Kryteria wydajności, ustalenia ogólne i przygotowywanie próbek, CEN, rue de Stassart 36, B-1050 Brussels.
2. W Horwitz, „Ocena metod analitycznych dla celów uregulowań dotyczących żywności i leków”, Anal. Chem., 1982, 54, 67A-76A.
3. Ujednolicone wytyczne ISO/AOAC/IUPAC dotyczące uwzględniania informacji o odzysku w pomiarach analitycznych, red. M. Thompson, S.LR Ellison, A. Fajgelj, P. Willetts i R. Wood, Pure Appl. Chem., 1999, nr 71, 337–348.
4. Międzynarodowy zharmonizowany protokół ISO/AOAC/IUPAC dotyczący badań biegłości laboratoriów analitycznych, red. M Thompson i R Wood, Pure Appl. Chem., 1993, 65, 2123–2144 (Również opublikowany w J. AOAC International, 1993, 76, 926).
5. Międzynarodowe zharmonizowane wytyczne ISO/AOAC/IUPAC dotyczące wewnętrznej kontroli jakości w chemicznych laboratoriach analitycznych, red. M Thompson i R Wood, Pure Appl. Chem., 1995, 67, 649–666.