

**KOMMISSIONENS DIREKTIV 2004/16/EG****av den 12 februari 2004****om provtagnings- och analysmetoder för offentlig kontroll av tennhalten i livsmedelskonserver****(Text av betydelse för EES)**

EUROPEISKA GEMENSKAPERNAS KOMMISSION HAR ANTAGIT  
DETTA DIREKTIV

med beaktande av Fördraget om upprättandet av Europeiska gemenskapen,

med beaktande av rådets direktiv 85/591/EEG av den 20 december 1985 om införande av provtagnings- och analysmetoder vid kontroll av livsmedel inom gemenskapen <sup>(1)</sup>, ändrat genom Europaparlamentets och rådets förordning (EG) nr 1882/2003 <sup>(2)</sup>, särskilt artikel 1 i detta, och

av följande skäl:

(1) I kommissionens förordning (EG) nr 466/2001 av den 8 mars 2001 om fastställande av högsta tillåtna halt för vissa främmande ämnen i livsmedel <sup>(3)</sup>, senast ändrad genom kommissionens förordning 242/2004 <sup>(4)</sup>, fastställs högsta tillåtna halt för oorganiskt tenn i livsmedelskonserver och det hänvisas till bestämmelserna om vilka metoder som ska användas för provtagning och analys.

(2) Genom rådets direktiv 93/99/EEG av den 29 oktober 1993 om ytterligare åtgärder för offentlig kontroll av livsmedel <sup>(5)</sup>, ändrat genom förordning (EG) nr 1882/2003, införs ett system för kvalitetsnormer för laboratorier som medlemsstaterna anlitar för offentlig kontroll av livsmedel.

(3) Det är nödvändigt att fastställa de allmänna kriterier som analysmetoderna måste uppfylla så att de laboratorier som ansvarar för kontrollerna använder analysmetoder som ger likvärdiga resultat. Det är också mycket viktigt att analysresultaten rapporteras och tolkas på ett enhetligt sätt för att säkerställa ett harmoniserat genomförande i hela Europeiska unionen. Dessa tolkningsregler är tillämpliga för de analysresultat som erhålls vid provtagning för offentlig kontroll. När det gäller analys för överklagande eller referensändamål gäller nationella regler.

(4) Bestämmelserna rörande provtagnings- och analysmetoder har fastställts på grundval av aktuell kunskap och kan komma att anpassas till utvecklingen när det gäller vetenskaplig och teknisk kunskap. De analysmetoder som används för det totala innehållet av tenn är lämpade för kontroller av oorganiskt tenn. Eventuell förekomst av organiskt tenn anses vara försumbar i förhållande till de högsta tillåtna halterna för oorganiskt tenn.

(5) De åtgärder som föreskrivs i detta direktiv är förenliga med yttrandet från Ständiga kommittén för livsmedelskedjan och djurhälsa.

HÄRIGENOM FÖRESKRIVS FÖLJANDE.

*Artikel 1*

Medlemsstaterna skall vidta alla åtgärder som är nödvändiga för att provtagningen för den offentliga kontrollen av tennhalten i livsmedel skall kunna utföras enligt de metoder som föreskrivs i bilaga I till detta direktiv.

*Artikel 2*

Medlemsstaterna skall vidta alla åtgärder som är nödvändiga för att beredningen av proverna och den analysmetod som används för den offentliga kontrollen av tennhalten i livsmedel svarar mot kriterierna i bilaga II till detta direktiv.

*Artikel 3*

Medlemsstaterna skall sätta i kraft de lagar och andra författningar som är nödvändiga för att följa bestämmelserna i detta direktiv senast den 31 december 2004. De skall genast överlämna texterna till dessa bestämmelser till kommissionen tillsammans med en jämförelsetabell för dessa bestämmelser och bestämmelserna i detta direktiv.

<sup>(1)</sup> EGT L 372, 31.12.1985, s. 50.

<sup>(2)</sup> EUT L 284, 31.10.2003, s. 1.

<sup>(3)</sup> EGT L 77, 16.3.2001, s. 1.

<sup>(4)</sup> Se sidan 3 i detta nummer av EUT.

<sup>(5)</sup> EGT L 290, 24.11.1993, s. 14.

När en medlemsstat antar dessa bestämmelser skall de innehålla en hänvisning till detta direktiv eller åtföljas av en sådan hänvisning när de offentliggörs. Närmare föreskrifter om hur hänvisningen skall göras skall varje medlemsstat själv utfärda.

*Artikel 4*

Detta direktiv träder i kraft den tjugonde dagen efter det att det har offentliggjorts i *Europeiska unionens officiella tidning*.

Detta direktiv riktar sig till medlemsstaterna.

Utfärdat i Bryssel den 12 februari 2004.

*På kommissionens vägnar*

David BYRNE

*Ledamot av kommissionen*

---

## BILAGA I

**PROVTAGNINGMETODER VID OFFENTLIG KONTROLL AV TENNHALTEN I LIVSMEDELSKONSERVER****1. Syfte och tillämpningsområde**

Prover avsedda för offentlig kontroll av tennhalten i livsmedelskonserver skall tas enligt de metoder som anges nedan. De samlingsprover som man då får skall betraktas som representativa för partierna. Partiernas överensstämmelse när det gäller högsta tillåtna halt enligt kommissionens förordning (EG) nr 466/2001 skall fastställas med hänsyn till de halter som konstaterats i laboratorieproverna.

**2. Definitioner**

Parti: En identifierbar mängd av ett livsmedel som levererats vid ett visst tillfälle och som av den behörige tjänstemannen bedöms ha representativa egenskaper när det gäller ursprung, sort, typ av förpackning, förpackare, avsändare och märkning.

Delparti: En del av ett parti som tagits ut för provtagning. Delpartierna måste vara fysiskt åtskilda och måste kunna identifieras.

Enskilt prov: En viss mängd av produkten som tagits från ett och samma ställe i partiet eller delpartiet.

Samlingsprov: Summan av alla enskilda prover tagna från partiet eller från delpartier.

Laboratorieprov: Prov avsett för laboratorium.

**3. Allmänna bestämmelser****3.1 Personal**

Provtagningen bör utföras av en person som utsetts för detta enligt de föreskrifter som gäller i medlemsstaten.

**3.2 Material som skall provas**

Provtagning skall göras särskilt för varje parti som skall undersökas.

**3.3 Försiktighetsåtgärder**

Under provtagningen och beredningen av prov måste åtgärder vidtas för att undvika förändringar som kan påverka tennhalten, samt negativt påverka analyserna eller samlingsprovets representativitet.

**3.4 Enskilda prov**

Så långt det är möjligt skall dessa prov tas från olika ställen i partiet eller delpartiet. Alla avvikelser från denna regel skall anges i protokollet.

**3.5 Beredning av samlingsprov**

Samlingsprovet erhålls genom att alla enskilda prov blandas, och det homogeniseras sedan i laboratoriet.

**3.6 Flera identiska laboratorieprov**

Flera identiska laboratorieprov för tillsynsåtgärder, handel (överklagande) och referens skall tas från det homogeniserade samlingsprovet på villkor att detta sker enligt medlemsstaternas föreskrifter om provtagning.

**3.7 Emballering och transport av prover**

Varje prov skall placeras i en ren behållare av inaktivt material som ger tillräckligt skydd mot föroreningar och skador under transporten. Alla nödvändiga åtgärder måste också vidtas för att undvika att provets sammansättning förändras under transport eller lagring.

### 3.8 Försegling och märkning av prover

Varje prov som tas i offentligt syfte skall förseglas på provtagningsstället och identifieras enligt de föreskrifter som gäller i medlemsstaten.

Ett protokoll skall föras över varje provtagning, så att varje parti entydigt kan identifieras. I protokollet skall datum och plats för provtagningen anges samt eventuell ytterligare information som den som utför analysen kan tänkas ha nytta av.

## 4. Provtagningsplaner

Genom den provtagningsmetod som tillämpas skall det säkerställas att samlingsprovet är representativt för det parti som skall kontrolleras.

### 4.1 Antal enskilda prov

Det minsta antalet enskilda prov som skall tas från konservburkar inom ett parti anges i tabell 1. De enskilda proven tagna från varje konservburk skall ha i stort sett samma vikt, och tillsammans utgöra ett samlingsprov (se punkt 3.5).

Tabell 1

**Antal konservburkar (enskilda prov) som skall tas för att slås samman till ett samlingsprov**

| Antal konservburkar i partiet eller delpartiet | Antal konservburkar som skall tas |
|------------------------------------------------|-----------------------------------|
| 1 till 25                                      | minst 1 konservburk               |
| 26 till 100                                    | minst 2 konservburkar             |
| > 100                                          | 5 konservburkar                   |

Notera att maximihalten gäller innehållet i varje konservburk, men för att kunna genomföra testen är det nödvändigt att basera sig på samlingsprov. Om testresultatet för samlingsprovet ligger strax under högsta tillåtna tennhalt och om man misstänker att enskilda konservburkar överstiger maximinivån kan det vara nödvändigt att göra ytterligare analyser.

### 4.2 Provtagning i detaljhandelsledet

Provtagning av livsmedel i detaljhandelsledet bör om möjligt göras enligt ovannämnda regler för provtagning. Om detta inte är möjligt kan andra effektiva provtagningsförfaranden i detaljhandelsledet användas, under förutsättning att provtagningsförfarandet garanterar en representativ provtagning av partiet.

## 5. Partiets eller delpartiets överensstämmelse med specifikationen

Kontrolllaboratoriet skall göra två oberoende analyser av laboratorieprov för tillsynsåtgärder och beräkna medelvärdet av resultaten.

Partiet skall godkännas om medelvärdet inte överstiger respektive högsta tillåtna halt (som fastställs i förordning (EG) nr 466/2001), med hänsyn tagen till mätosäkerheten och korrigering för utbytet.

Partiet överensstämmer inte med de högsta tillåtna halterna (som fastställs i förordning (EG) nr 466/2001) om medelvärdet överstiger de högsta halterna bortom rimligt tvivel med hänsyn tagen till mätosäkerheten och korrigering för utbytet.

## BILAGA II

**BEREDNING AV PROVER OCH DE KRITERIER SOM GÄLLER FÖR ANALYMETODER FÖR OFFENTLIG KONTROLL AV TENNHALTEN I LIVSMEDELSKONSERVER****1. Säkerhetsföreskrifter och allmänna överväganden när det gäller tenn**

Det grundläggande kravet är att uppnå ett representativt och homogent laboratorieprov utan att sekundära föroreningar tillförs.

Den som utför analysen bör säkerställa att proven inte kontamineras under beredningen av proverna. Om möjligt bör apparatur som kommer i kontakt med provet tillverkas av inaktivt material, t.ex. plaster som polypropen, PTFE osv., och den bör rengöras med syra så att risken för kontaminering är så liten som möjligt. Eggarna på skärande verktyg kan vara tillverkade av rostfritt stål av hög kvalitet.

Allt provmaterial som ställs till laboratoriets förfogande bör användas vid beredningen av testmaterialet. Endast noggrant homogeniserade prov ger reproducerbara resultat.

Flera provberedningsförfaranden som ger tillfredsställande resultat kan användas. De förfaranden som beskrivs i CEN-standarden *Determination of trace elements – Performance criteria and general consideration* (Identifiering av spårelement – kvalitetskrav och allmänna frågor) har bedömts som tillräckliga (se referens 1), men andra kan vara lika lämpliga.

**2. Behandling av laboratorieprovet**

Hela samlingsprovet skall finmalas (om nödvändigt) och blandas noggrant enligt en metod som garanterar fullständig homogenisering.

**3. Uppdelning av prover för tillsynsåtgärder och överklagande**

De identiska proven för tillsynsåtgärder, handel (överklagande) och referens skall tas från det homogeniserade materialet på villkor att detta sker enligt medlemsstaternas föreskrifter om provtagning.

**4. Analysmetod som skall användas av laboratoriet samt metoder för laboratoriekontroll****4.1 Definitioner**

Vissa av de mest använda definitioner som laboratoriet kommer att uppmanas att använda anges nedan:

$r$  = Repeterbarhet: det värde under vilket den absoluta skillnaden mellan två individuella resultat som erhållits i prov genomförda under repeterbara förhållanden (samma prov, samma person, samma apparatur, samma laboratorium och ett kort tidsintervall) kan förväntas ligga inom en given sannolikhet (vanligen 95 %) vilket ger  $r = 2,8 \times s_r$ .

$s_r$  = Standardavvikelsen beräknad utifrån de resultat som erhållits under repeterbara förhållanden.

$RSD_r$  = Standardavvikelsen beräknad utifrån de resultat som erhållits under repeterbara förhållanden  $[(s_r/\bar{x}) \times 100]$ , där  $\bar{x}$  är genomsnittet för alla laboratorier och prover.

$R$  = Reproducerbarhet: det värde under vilket den absoluta skillnaden mellan individuella resultat som erhållits i prov genomförda under reproducerbara förhållanden (identiska resultat som erhållits av personer i olika laboratorier med standardmetoden) kan förväntas ligga inom en given sannolikhet (vanligen 95 %).  $R = 2,8 \times s_R$ .

$s_R$  = Standardavvikelsen beräknad utifrån de resultat som erhållits under reproducerbara förhållanden.

$RSD_R$  = Den relativa standardavvikelsen beräknad utifrån de resultat som erhållits under reproducerbara förhållanden  $[(s_R/\bar{x}) \times 100]$ .

$HORRAT_r$  = Uppmätt  $RSD_r$ -värde delat med det  $RSD_r$ -värde som beräknats med hjälp av Horwitz ekvation utifrån antagandet  $r = 0,66R$ .

$HORRAT_R$  = Uppmätt  $RSD_R$ -värde delat med det  $RSD_R$ -värde som beräknats med hjälp av Horwitz ekvation (se referens 2).

$U$  = Expanderad osäkerhet, med täckningsfaktor 2 som ger en tillförlitlighetsnivå på ungefär 95 %.

## 4.2 Allmänna krav

Analysmetoderna för kontroll av livsmedel skall stämma överens med de kriterier som anges i punkt 1 och 2 i bilagan till rådets direktiv 85/591/EEG av den 20 december 1985 om införande av provtagnings- och analysmetoder vid kontroll av livsmedel inom gemenskapen.

## 4.3 Särskilda krav

Om ingen specifik metod för fastställande av tennhalten i livsmedelskonserver föreskrivs på gemenskapsnivå kan laboratorierna använda valfri validerad metod på villkor att den uppfyller de kvalitetskrav som anges i tabell 2. Vid valideringen skall helst ett certifierat referensmaterial ingå.

Tabell 2

**Kvalitetskrav för metoder för tennanalyser**

| Parameter           | Värde/anmärkning                                                                                      |
|---------------------|-------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| Tillämplighet       | Livsmedel enligt förordning (EG) nr 242/2004                                                          |
| Detektionsgräns     | Högst 5 mg/kg                                                                                         |
| Kvantifieringsgräns | Högst 10 mg/kg                                                                                        |
| Precision           | HORRAT <sub>r</sub> - eller HORRAT <sub>R</sub> -värden under 1,5 i valideringens provningsjämförelse |
| Utbyte              | 80 %–105 % (enligt vad som anges i provningsjämförelsen)                                              |
| Specifitet          | Utan matris eller spektral interferens                                                                |

## 4.3.1 Kvalitetskrav – Osäkerhetsmetod

En osäkerhetsmetod kan dock också användas för att bedöma om den analysmetod som laboratoriet tänker använda är lämplig. Laboratoriet kan använda en metod som kommer att ge resultat inom en maximal standardosäkerhet. Den maximala standardosäkerheten kan beräknas enligt följande formel:

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

där:

$U_f$  är maximal standardosäkerhet

LOD är metodens detektionsgräns

C är relevanta koncentrationer.

Om en analysmetod ger resultat med en mätosäkerhet som ligger under maximal standardosäkerhet kommer metoden att vara lika lämplig som en analysmetod som uppfyller kvalitetskraven i tabell 2.

## 4.4 Beräkning av utbytesgrad och rapportering av resultat

Analysresultatet skall rapporteras korrigerat eller icke korrigerat med hänsyn till utbytet för analysen. Rapporteringssätt och utbytesgrad skall anges. Analysresultatet korrigerat med hänsyn till utbytet vid analysen används för att kontrollera överensstämmelse med de högsta tillåtna halterna (se punkt 5 i bilaga I).

Den som utför analysen bör respektera IUPAC/ISO/AOAC:s *Harmonised Guidelines for the Use of Recovery Information in Analytical Measurement* (Harmoniserade riktlinjer för användningen av uppgifter om utbyte i analytiska mätningar) (se referens 3). Dessa riktlinjer skall vara till hjälp vid fastställandet av utbytesfaktorer.

Analysresultatet måste rapporteras som  $x \pm U$  där  $x$  är det analytiska resultatet och  $U$  är mätosäkerheten.

## 4.5 Kvalitetsnormer för laboratorierna

Laboratorierna skall uppfylla kriterierna i rådets direktiv 93/99/EEG av den 29 oktober om ytterligare åtgärder för offentlig kontroll av livsmedel.

## 4.6 Övriga frågor att beakta vid analysen

## Kvalifikationsprövning

Laboratorierna skall delta i lämpliga system för kvalifikationsprövning i enlighet med *International Harmonised Protocol for the Proficiency Testing of (Chemical) Analytical Laboratories* (Internationellt harmoniserat protokoll för kvalifikationsprövning av laboratorier för (kemisk) analys) (se referens 4) som utarbetats under IUPAC/ISO/AOAC:s överinseende.

I några av dessa system inbegrips särskilt bestämningen av tennhalten i livsmedel och det rekommenderas att laboratorierna deltar i ett sådant system snarare än i ett allmänt system för bestämning av metallhalten i livsmedel.

## Intern kvalitetskontroll

Laboratorierna bör kunna visa att de tillämpar förfaranden för intern kvalitetskontroll. Exempel på dessa finns i ISO/AOAC/IUPAC:s *Guidelines on Internal Quality Control in Analytical Chemistry Laboratories* (Riktlinjer för intern kvalitetskontroll i laboratorier för kemisk analys) (se referens 5).

## Provberedning

Det måste säkras att allt tenn i provet kommer med i lösningen som skall analyseras. Det är särskilt viktigt att förfarandet för provupplösning är sådant att ingen form av hydrolyserat SnIV utfälls (t.ex. olika former av tennoxid,  $\text{SnO}_2$ ,  $\text{Sn}(\text{OH})_4$ ,  $\text{SnO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ).

Beredda prov skall förvaras i 5 mol/l HCl.  $\text{SnCl}_4$  avdunstar dock lätt så lösningarna bör inte kokas.

## REFERENSER

1. BS EN 13804:2002: *Foodstuffs – Determination of trace elements – Performance criteria, general considerations and sample preparation*, CEN, Rue de Stassart 36, B-1050 Bryssel.
  2. W Horwitz, *Evaluation of Analytical Methods for Regulation of Foods and Drugs*, Anal. Chem., 1982, 54, 67A–76A.
  3. ISO/AOAC/IUPAC:s *Harmonised Guidelines for the Use of Recovery Information in Analytical Measurement*. Red. Michael Thompson, Steven L R Ellison, Ales Fajgelj, Paul Willetts och Roger Wood, Pure Appl. Chem., 1999, 71, 337–348.
  4. ISO/AOAC/IUPAC:s *International Harmonised Protocol for Proficiency Testing of (Chemical) Analytical Laboratories*. Red. M Thompson och R Wood, Pure Appl. Chem., 1993, 65, 2123–2144 (också publicerad i J. AOAC International, 1993, 76, 926).
  5. ISO/AOAC/IUPAC:s *International Harmonised Guidelines for Internal Quality Control in Analytical Chemistry Laboratories*. Red. M Thompson och R Wood, Pure Appl. Chem., 1995, 67, 649–666.
-