

32004L0016

13.2.2004

ÚŘEDNÍ VĚSTNÍK EVROPSKÉ UNIE

L 42/16

SMĚRNICE KOMISE 2004/16/ES
ze dne 12. února 2004,
kterou se stanoví metody odběru vzorků a metody analýzy pro úřední kontrolu obsahu cínu
v konzervovaných potravinách
(Text s významem pro EHP)

KOMISE EVROPSKÝCH SPOLEČENSTVÍ,

analýzy získané u vzorků pro úřední kontrolu. V případě analýzy pro ochranné nebo rozhodčí účely se použijí vnitrostátní předpisy.

s ohledem na Smlouvu o založení Evropského společenství,

s ohledem na směrnici Rady 85/591/EHS ze dne 20. prosince 1985 o zavedení metod Společenství pro odběr vzorků a analýzu pro sledování potravin určených k lidské spotřebě ⁽¹⁾, ve znění nařízení Evropského parlamentu a Rady (ES) č. 1882/2003 ⁽²⁾, a zejména na článek 1 uvedené směrnice,

- (4) Ustanovení týkající se metod odběru vzorků a analýzy byla vypracována na základě současných znalostí a mohou být přizpůsobena tak, aby byl zohledněn pokrok ve vědeckých a technických znalostech. Metody pro stanovení celkového obsahu cínu jsou vhodné pro kontrolu obsahu anorganického cínu. Možná přítomnost organických forem cínu je považována za bezvýznamnou vzhledem k maximálním limitům stanoveným pro anorganický cín.

vzhledem k těmto důvodům:

- (5) Opatření této směrnice jsou v souladu se stanoviskem Stálého výboru pro potravinový řetězec a zdraví zvířat,

(1) Nařízení Komise (ES) č. 466/2001 ze dne 8. března 2001, kterým se stanoví maximální limity určitých kontaminujících látek v potravinách ⁽³⁾, naposledy pozměněné nařízením (ES) č. 242/2004 ⁽⁴⁾, stanoví maximální limity pro anorganický cín v konzervovaných potravinách a odkazuje na opatření, jimiž se stanoví metody odběru vzorků a analýzy, které mají být použity.

PŘIJALA TUTO SMĚRNICI:

Článek 1

Členské státy přijmou veškerá opatření nezbytná k tomu, aby byly odběry vzorků pro úřední kontrolu obsahu cínu v potravinách prováděny metodami popsány v příloze I této směrnice.

(2) Směrnice Rady 93/99/EHS ze dne 29. října 1993 o doplňujících opatřeních týkajících se úředního dozoru nad potravinami ⁽⁵⁾, ve znění nařízení (ES) č. 1882/2003, zavádí systém norem řízení jakosti pro laboratoře pověřené členskými státy úředním dozorem nad potravinami.

Článek 2

Členské státy přijmou veškerá opatření nezbytná k tomu, aby příprava vzorků a metody analýzy použité pro úřední kontrolu obsahu cínu v potravinách splňovaly kritéria popsaná v příloze II této směrnice.

(3) Jeví se nezbytným stanovit obecná kritéria, která musí metody analýzy splňovat, aby se zajistilo, že laboratoře pověřené kontrolou budou používat metody analýzy se srovnatelnými pracovními charakteristikami. Je rovněž velice důležité, aby výsledky analýz byly uváděny a vykládány jednotným způsobem, s cílem zajistit harmonizovaný přístup k provádění kontrol v celé Evropské unii. Tato pravidla pro výklad jsou použitelná na výsledky

Článek 3

Členské státy uvedou v účinnost právní a správní předpisy nezbytné pro dosažení souladu s touto směrnicí do 31. prosince 2004. Neprodleně sdělí Komisi znění těchto předpisů a srovnávací tabulku mezi těmito předpisy a touto směrnicí.

⁽¹⁾ Úř. věst. L 372, 31.12.1985, s. 50.

⁽²⁾ Úř. věst. L 284, 31.10.2003, s. 1.

⁽³⁾ Úř. věst. L 77, 16.3.2001, s. 1.

⁽⁴⁾ Úř. věst. L 42, 13.2.2004, s. 3.

⁽⁵⁾ Úř. věst. L 290, 24.11.1993, s. 14.

Tyto předpisy přijaté členskými státy musí obsahovat odkaz na tuto směrnici nebo musí být takový odkaz učiněn při jejich úředním vyhlášení. Způsob odkazu si stanoví členské státy.

Článek 4

Tato směrnice vstupuje v platnost dvacátým dnem po vyhlášení v *Úředním věstníku Evropské unie*.

Tato směrnice je určena členskými státy.

V Bruselu dne 12. února 2004.

Za Komisi

David BYRNE

člen Komise

PŘÍLOHA I

METODY ODBĚRU VZORKŮ PRO ÚŘEDNÍ KONTROLU OBSAHU CÍNU V KONZERVOVANÝCH POTRAVINÁCH**1. Účel a oblast působnosti**

Vzorky určené pro úřední kontrolu množství cínu v konzervovaných potravinách musí být odebírány níže uvedenými metodami. Takto získané souhrnné vzorky se považují za reprezentativní pro dotyčné šarže. Dodržení maximálních limitů stanovených v nařízení Komise (ES) č. 466/2001 se určuje na základě obsahu zjištěného v laboratorních vzorcích.

2. Definice

Šarže: identifikovatelné množství potravinové komodity dodané ve stejném okamžiku, které má podle úředníka jednotné charakteristiky, jako je původ, druh, typ obalu, balírna, zasílatel nebo označení.

Část šarže: určitá část šarže vyčleněná k tomu, aby z ní byl proveden odběr vzorků. Každá část šarže musí být fyzicky samostatná a identifikovatelná.

Dílčí vzorek: množství materiálu odebrané z jednoho místa šarže nebo části šarže.

Souhrnný vzorek: souhrn všech dílčích vzorků odebraných ze šarže nebo části šarže.

Laboratorní vzorek: vzorek určený pro laboratorní vyšetření.

3. Obecná ustanovení**3.1 Pracovníci**

Odběr vzorků musí být proveden oprávněným pracovníkem podle předpisů členských států.

3.2 Materiál, který má být odebrán

Každá šarže, která má být vyšetřena, musí být vzorkována samostatně.

3.3 Předběžná opatření

Při odběru vzorků a při přípravě vzorků musí být provedena předběžná opatření s cílem zabránit jakýmkoli změnám, které by mohly ovlivnit obsah cínu, nepříznivě ovlivnit analytické stanovení nebo znehodnotit reprezentativnost souhrnných vzorků.

3.4 Dílčí vzorky

Dílčí vzorky se odeberou pokud možno z různých míst celé šarže nebo části šarže. Odchytky od toho postupu musí být zaznamenány v protokolu.

3.5 Příprava souhrnného vzorku

Souhrnný vzorek se připraví sdružením všech dílčích vzorků. Tento souhrnný vzorek se zhomogenizuje v laboratoři.

3.6 Duplikátní laboratorní vzorky

Duplikátní vzorky pro účely provedení kontroly, obchodní (ochranné) a rozhodčí účely se odeberou ze zhomogenizovaného souhrnného vzorku, pokud to není v rozporu s předpisy členských států o odběru vzorků.

3.7 Balení a přeprava vzorků

Každý vzorek se uloží do čisté nádoby z inertního materiálu, která poskytuje dostatečnou ochranu před kontaminací a před poškozením při přepravě. Musí být přijata všechna nezbytná předběžná opatření s cílem zabránit změně složení vzorku, ke které může dojít při přepravě nebo skladování.

3.8 Uzavření a označení vzorků

Každý vzorek odebraný k úředním účelům se uzavře na místě odběru a označí se podle předpisů členských států.

O každém odběru vzorků musí být vystaven protokol, který umožní jednoznačnou identifikaci šarže a v němž musí být uvedeny datum a místo odběru vzorků a další údaje, které mohou být pro analytika užitečné.

4. Plány odběru vzorků

Použitá metoda odběru vzorků musí zajistit, aby byl souhrnný vzorek reprezentativní pro kontrolovanou šarži.

4.1 Počet dílčích vzorků

Minimální počet dílčích vzorků, který má být odebrán z konzerv shodné šarže, je uveden v tabulce 1. Dílčí vzorky odebrané z každé konzervy musí mít přibližně stejnou hmotnost a tvoří dohromady souhrnný vzorek (viz bod 3.5).

Tabulka 1

Počet konzerv (dílčích vzorků), které se odeberou za účelem vytvoření souhrnného vzorku

| Počet konzerv v šarži nebo části šarže | Počet konzerv, které musí být odebrány |
|--|--|
| 1 až 25 | Nejméně 1 konzerva |
| 26 až 100 | nejméně 2 konzervy |
| > 100 | 5 plechových konzerv |

Je třeba upozornit, že maximální limity se vztahují na obsah každé konzervy, avšak z praktických důvodů je pro vyšetření nezbytné vytvořit souhrnný vzorek. Jestliže výsledek pro souhrnný vzorek nepřekračuje maximální limit, avšak blíží se k maximálnímu limitu, a existuje-li podezření, že u jednotlivých konzerv může být maximální limit překročen, může být nezbytné provést další vyšetření.

4.2 Odběr vzorků na maloobchodním stupni

Odběr vzorků na maloobchodním stupni by měl být prováděn pokud možno v souladu s výše uvedenými ustanoveními o odběru vzorků. Není-li to možné, lze použít jiné účinné postupy odběru vzorků na maloobchodním stupni, pokud zaručují dostatečnou reprezentativnost pro vzorkovanou šarži.

5. Dodržení specifikací v šarži nebo v části šarže

Pro účely potvrzení provede kontrolní laboratoř alespoň dvě nezávislé analýzy a z výsledků vypočte průměr.

Šarže se přijme, nepřekračuje-li průměr příslušný maximální limit (jak je stanoven v nařízení (ES) č. 466/2001), přičemž se zohlední nejistota měření a korekce na výtěžnost.

Šarže nevyhovuje maximálnímu limitu (jak je stanoven v nařízení (ES) č. 466/2001), jestliže s přihlédnutím k nejistotě měření a po korekci na výtěžnost průměr překračuje maximální limit bez pochyb.

PŘÍLOHA II

PŘÍPRAVA VZORKU A KRITÉRIA PRO METODY ANALÝZY POUŽÍVANÉ PŘI ÚŘEDNÍ KONTROLE OBSAHU CÍNU V KONZERVOVANÝCH POTRAVINÁCH

1. **Předběžná opatření a všeobecné zásady pro cín**

Základním požadavkem je získat reprezentativní a homogenní laboratorní vzorek, aniž by došlo k sekundární kontaminaci.

Analytik by měl zajistit, aby při přípravě vzorků nedošlo k jejich kontaminaci. Přístroje a pomůcky přicházející do styku se vzorkem by měly být vyrobeny z inertních materiálů, např. z plastů jako polypropylen, PTFE atd., a měly by být vyčištěny za použití kyseliny, aby se minimalizovalo riziko kontaminace. Řezné nástroje musí být z vysoce kvalitní korozivzdorné oceli.

Veškerý materiál vzorku obdržení laboratoří má být použit k přípravě zkušebního materiálu. Pouze důkladně zhomogenizované vzorky poskytují reprodukovatelné výsledky.

Existuje mnoho uspokojivých specifických postupů přípravy vzorku, které mohou být použity. Postupy uvedené v normě CEN „Potraviny – Stanovení stopových prvků – Požadavky na účinnost a všeobecné zásady“ se ukázaly jako uspokojivé ⁽¹⁾, ale správné mohou být i jiné postupy.

2. **Zpracování vzorku obdržení laboratoří**

Celý souhrnný vzorek se (podle potřeby) jemně rozeeme a důkladně promísí postupem, u něhož je prokázáno, že jím lze dosáhnout úplné homogenizace.

3. **Rozdělení vzorků pro účely provedení kontroly a ochranné účely**

Duplikátní vzorky pro účely provedení kontroly, obchodní (ochranné) a rozhodčí účely se odeberou ze zhomogenizovaného materiálu, pokud to není v rozporu s předpisy členských států o odběru vzorků.

4. **Metody analýzy, které má laboratoř použít, a požadavky na řízení laboratoře**4.1 *Definice*

Níže je uvedeno několik nejběžnějších definic, které musí laboratoř použít.

| | |
|---------------------|---|
| r | = opakovatelnost: hodnota, pod níž bude podle očekávání s danou pravděpodobností (obvykle 95 %) absolutní hodnota rozdílu výsledků dvou samostatných stanovení za podmínek opakovatelnosti (tj. stejný vzorek, tentýž pracovník, tatáž aparatura, tatáž laboratoř, stanoveno krátce po sobě); $r = 2,8 \times s_r$; |
| s_r | = směrodatná odchylka vypočtená z výsledků získaných za podmínek opakovatelnosti; |
| RSD _r | = relativní směrodatná odchylka vypočtená z výsledků získaných za podmínek opakovatelnosti $[(s_r/\bar{x}) \times 100]$, kde \bar{x} je průměr výsledků ze všech laboratoří a vzorků; |
| R | = reprodukovatelnost: hodnota, pod níž bude podle očekávání s danou pravděpodobností (obvykle 95 %) absolutní hodnota rozdílu výsledků dvou samostatných stanovení za podmínek reprodukovatelnosti (tj. u stejného materiálu získaného pracovníky různých laboratoří, za použití standardizované zkušební metody); $R = 2,8 \times s_R$; |
| s_R | = směrodatná odchylka vypočtená z výsledků získaných za podmínek reprodukovatelnosti; |
| RSD _R | = relativní směrodatná odchylka vypočtená z výsledků získaných za podmínek reprodukovatelnosti $[(s_R/\bar{x}) \times 100]$; |
| HORRAT _r | = zjištěná hodnota RSD _r dělená hodnotou RSD _r odvozenou z Horwitzovy rovnice za předpokladu $r = 0,66 R$; |
| HORRAT _R | = zjištěná hodnota RSD _R dělená hodnotou RSD _R vypočtenou z Horwitzovy rovnice (2); |
| U | = rozšířená nejistota měření při použití faktoru pokrytí 2, který poskytuje úroveň spolehlivosti přibližně 95 %. |

4.2 *Obecné požadavky*

Metody analýzy použité pro účely kontroly potravin musí být v souladu s body 1 a 2 přílohy směrnice Rady 85/591/EHS ze dne 20. prosince 1985 o zavedení metod Společenství pro odběr vzorků a analýzu pro sledování potravin určených k lidské spotřebě.

4.3 *Specifické požadavky*

Nejsou-li na úrovni Společenství předepsány žádné specifické metody pro stanovení cínu v konzervovaných potravinách, mohou laboratoře zvolit jakoukoli validovanou metodu za předpokladu, že zvolená metoda splňuje pracovní kritéria uvedená v tabulce 2. Při validaci by měl být v ideálním případě použit homologovaný referenční materiál.

Tabulka 2

Pracovní kritéria metod analýzy pro cín

| Parametr | Hodnota / komentář |
|---------------------|--|
| Použitelnost | Potraviny uvedené v nařízení (ES) č. 242/2004 |
| Mez detekce | Nesmí být vyšší než 5 mg/kg |
| Mez stanovitelnosti | Nesmí být vyšší než 10 mg/kg |
| Přesnost | Hodnoty HORRAT _r nebo HORRAT _R podle validačního okruhového testu musí být nižší než 1,5 |
| Výtěžnost | 80 % až 105 % (podle validačního okruhového testu) |
| Specifičnost | Bez interferencí matrice nebo spektrálních interferencí |

4.3.1 **Pracovní kritéria – koncepce nejistoty**

Vhodnost metody analýzy, která má být použita v laboratoři, může být však posouzena také pomocí koncepce nejistoty. Laboratoř může používat metodu, která bude poskytovat výsledky s maximální standardní nejistotou. Maximální standardní nejistotu lze vypočítat pomocí následující rovnice:

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

kde:

U_f je maximální standardní nejistota,

LOD je mez detekce metody,

C je příslušná koncentrace.

Jestliže analytická metoda poskytuje výsledky s nejistotou měření menší než maximální standardní nejistota, bude metoda vhodná do stejné míry jako metoda, která splňuje pracovní charakteristiky uvedené v tabulce 2.

4.4 *Výpočet výtěžnosti a uvádění výsledků*

Výsledky analýzy se uvedou jako korigované nebo nekorigované na výtěžnost. Musí být uveden způsob uvedení výtěžnosti a její hodnota. Analytický výsledek korigovaný na výtěžnost se použije pro kontrolu dodržení limitu (viz příloha I bod 5).

Analytik by měl vzít na vědomí „Harmonised Guidelines for the Use of Recovery Information in Analytical Measurement“ (Harmonizované pokyny pro použití informací o výtěžnosti při analytických měřeních) (3) vypracované IUPAC/ISO/AOAC. Tyto pokyny jsou nápomocné při stanovování faktorů výtěžnosti.

Analytický výsledek musí být uveden ve tvaru $x \pm U$, kde x je analytický výsledek a U je nejistota měření.

4.5 *Normy jakosti pro laboratoře*

Laboratoře musí splňovat požadavky směrnice Rady 93/99/EHS ze dne 29. října 1993 o doplňujících opatřeních týkajících se úředního dozoru nad potravinami.

4.6 Další zásady pro analýzu

Zkoušení odborné způsobilosti

Účast ve vhodných programech zkoušení odborné způsobilosti, které jsou v souladu s „International Harmonised Protocol for the Proficiency Testing of (Chemical) Analytical Laboratories“ (Mezinárodní harmonizovaný protokol pro zkoušení odborné způsobilosti (chemických) analytických laboratoří) (4) vypracovaným pod záštitou IUPAC/ISO/AOAC.

Některé z těchto programů výslovně zahrnují stanovení cínu v potravinách a účast v takovém programu se doporučuje spíše než účast v obecném programu pro stanovení kovů v potravinách.

Interní řízení jakosti

Laboratoře by měly být schopny prokázat, že mají zavedeny vlastní interní postupy řízení jakosti. Příklady těchto postupů jsou uvedeny v „ISO/AOAC/IUPAC Guidelines on Internal Quality Control in Analytical Chemistry Laboratories“ (Pokyny ISO/AOAC/IUPAC pro interní řízení jakosti v chemických analytických laboratořích) (5).

Příprava vzorku

Je třeba věnovat pozornost tomu, aby byl veškerý cín ve vzorku pro analýzu převeden do roztoku. Má se zejména za to, že postup rozpouštění vzorku musí být takový, aby nedošlo ke srážení hydrolyzovaných sloučenin čtyřmocného cínu (Sn^{IV}) (tj. oxidu cínitého SnO_2 , $\text{Sn}(\text{OH})_4$, $\text{SnO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$).

Připravené vzorky se uchovávají v prostředí HCl o koncentraci 5 mol/l. SnCl_4 snadno těká, a proto by se roztoky neměly vařit.

LITERATURA

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. Horwitz, W: 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. (ed. M. Thompson, S. L. R. Ellison, A. Fajgelj, P. Willetts a R. Wood), *Pure Appl. Chem.*, 1999, 71, 337 – 348.
 4. ISO/AOAC/IUPAC International Harmonised Protocol for Proficiency Testing of (Chemical) Analytical Laboratories, (ed. M. Thompson a R. Wood), *Pure Appl. Chem.*, 1993, 65, 2123 – 2144 (zveřejněno též v *J. AOAC International*, 1993, 76, 926).
 5. ISO/AOAC/IUPAC International Harmonised Guidelines for Internal Quality Control in Analytical Chemistry Laboratories (vyd. M. Thompson a R. Wood), *Pure Appl. Chem.*, 1995, 67, 649 – 666.
-