

ДИРЕКТИВА 2004/16/ЕО НА КОМИСИЯТА

от 12 февруари 2004 година

относно определяне на методи за вземане на проби и на методи за анализ за целите на официалния контрол на консервирани храни за съдържание на калай

(Текст от значение за ЕИП)

КОМИСИЯТА НА ЕВРОПЕЙСКИТЕ ОБЩНОСТИ,

като взе предвид Договора за създаване на Европейската общност,

като взе предвид Директива 85/591/ЕИО на Съвета от 20 декември 1985 г. относно въвеждането на методи на Общността за вземане на проби и анализ за контрола на храните, предназначени за консумация от човека¹, изменена с Регламент (ЕО) № 1882/2003 на Европейския парламент и на Съвета², и по-специално член 1 от нея,

като има предвид, че:

- (1) Регламент (ЕО) № 466/2001 от 8 март 2001 г. относно определяне на максималното съдържание на някои замърсители в храните³, последно изменен с Регламент (ЕО) № 242/2004⁴, определя максималното съдържание на неорганичен калай в консервирани храни и упоменава мерките за установяване на методите за вземане на проби и анализ, които следва да бъдат използвани.
- (2) Директива 93/99/ЕИО на Съвета от 29 октомври 1993 г. относно допълнителните мерки относно официалния контрол върху храните⁵, изменена с Регламент (ЕО) № 1882/2003, въвежда система от стандарти за качество за лабораториите, на които държавите-членки възлагат официалния контрол върху храните.
- (3) Явява се необходимост от определяне на общи критерии, с които следва да бъде съобразен методът на анализ, за да се гарантира, че лабораториите, на които е възложен контрола, използват методи на анализ със съпоставими нива на ефективност. Също така, от голямо значение е резултатите от анализа да бъдат отчитани и тълкувани по единен начин, за да се гарантира хармонизиран подход към прилагането на законодателството в целия Европейски съюз. Тези правила за тълкуване са приложими към резултатите, получени при анализа на пробата за

¹ ОВ № L 372, 31.12.1985 г., стр. 50.

² ОВ № L 284, 31.10.2003 г., стр. 1.

³ ОВ № L 77, 16.3.2001 г., стр. 1.

⁴ Виж стр. 3 от настоящия Официален вестник.

⁵ ОВ № L 290, 24.11.1993 г., стр. 14.

официален контрол. В случаите на анализ за отбранителни или арбитражни цели се прилагат националните правила.

(4) Разпоредбите относно вземането на пробите и методите на анализ са изготвени въз основа на съвременните познания и могат да бъдат адаптирани съобразно напредъка в научните и техническите познания. Методите за анализ на общото съдържание на калай са подходящи за контрол върху съдържанието на неорганичен калай. Възможното наличие на органични форми на калай се счита за незначително спрямо определените максимално допустими количества на неорганичен калай.

(5) Мерките, предвидени в настоящата директива, са в съответствие със становището на Постоянния комитет по хранителната верига и здравето на животните.

ПРИЕ НАСТОЯЩАТА ДИРЕКТИВА:

Член 1

Държавите-членки предприемат всички необходими мерки, за да се гарантира, че вземането на проби за официален контрол върху съдържанието на калай в храни се извършва в съответствие с методите, описани в приложение I към настоящата директива.

Член 2

Държавите-членки предприемат всички необходими мерки, за да гарантират, че подготовката на пробите и методите на анализ, използвани при официалния контрол на съдържанието на калай в храни, съответстват на критериите, описани в приложение II към настоящата директива.

Член 3

Държавите-членки въвеждат в сила необходимите закони, подзаконови и административни разпоредби, за да се съобразят с настоящата директива, до 31 декември 2004 г. Те съобщават незабавно на Комисията текстовете на тези разпоредби, както и таблица на съответствието между разпоредбите на настоящата директива и приетите национални разпоредби.

Когато държавите-членки приемат тези разпоредби, в тях се съдържа позоваване на настоящата директива или то се извършва при официалното им публикуване. Условието и редът на позоваване се определят от държавите-членки.

Член 4

Настоящата директива влиза в сила на двадесетия ден от датата на публикуването ѝ в *Официален вестник на Европейските общности*.

Адресати на настоящата директива са държавите-членки.

Съставено в Брюксел на 12 февруари 2004 година.

За Комисията:
David BYRNE
Член на Комисията

ПРИЛОЖЕНИЕ I

МЕТОДИ ЗА ВЗЕМАНЕ НА ПРОБИ ЗА ЦЕЛИТЕ НА ОФИЦИАЛНИЯ КОНТРОЛ НА КОНСЕРВИРАНИ ХРАНИ ЗА СЪДЪРЖАНИЕ НА КАЛАЙ

1. Цел и обхват

Пробите, предназначени за официална проверка на съдържанието на калай в консервирани храни се вземат по реда на долуописаните методи. Така получените общи проби се считат за представителни за съответните партии. Съответствието с максимално допустимите граници, посочени в Регламент (ЕО) № 466/2001 на Комисията, се установява въз основа на границите, определени в лабораторните проби.

2. Дефиниции

Партида:	Установимо количество от хранителна стока, доставена по едно и също време, с установени от длъжностно лице общи характеристики, като произход, вид, опаковка, производител, доставчик или маркировка.
Подпартида:	определена част от партида, която се подлага на метода за вземане на проби. Всяка подпартида трябва да бъде физически обособена и установима.
Точкова проба:	количество от материала, взето еднократно от определено място на партидата или на подпартидата.
Обща проба:	количество от материала, получено от събиране и смесване на всички точкови проби
Лабораторна проба:	проба, предназначена за лабораторията

3. Общи разпоредби

3.1. Персонал

Вземането на проби следва да се извършва от оправомощено лице, както е посочено от държавите-членки.

3.2. Материал, от който се вземат проби

От всяка партида, която подлежи на изследване, трябва да се вземе отделна проба.

3.3. *Предпазни мерки*

При вземането на пробите и тяхната подготовка трябва да се вземат предпазни мерки с цел недопускане на промени в пробите, които могат да окажат влияние върху съдържанието на калай, върху аналитичното определяне или представителността на общата проба.

3.4. *Точкови проби*

По възможност точковите проби следва да бъдат взети от различни места на партидата или подпартидата. Всяко отклонение от тази процедура трябва да бъде посочено в протокола.

3.5. *Изготвяне на общата проба*

Общата проба се формира чрез обединяване на всички точкови проби. Тази обща проба се хомогенизира в лабораторията.

3.6. *Двойни лабораторни проби*

Двойни лабораторни проби за цели, свързани с прилагане на закона, търговията (отбраната) и арбитража се вземат от хомогенизираните общи проби, освен когато това противоречи на правилата за вземане на проби, които са в сила в държавите-членки.

3.7. *Пакетиране и предаване на пробите*

Всяка проба се поставя в чист съд от инертен материал, осигуряващ адекватна защита срещу замърсяване и повреда при пренасяне. По време на транспортиране или съхранение се вземат предпазни мерки за недопускане на промени в състава на пробите.

.

3.8. *Запечатване и маркиране на пробите*

Всяка проба, взета за целите на официалния контрол, се запечатва на място при вземането ѝ се обозначава съгласно националните разпоредби на държавата-членка.

За да може всяка партида да се идентифицира недвусмислено, за всяко вземане на проба се съставя протокол, като се посочват датата и мястото на вземане на пробата, както и всяка допълнителна информация, която би могла да бъде полезна на лицето, което извършва анализа.

4. **Планове за вземане на проби**

Използваният метод за вземане на проба гарантира, че общата проба е представителна за партидата, която ще бъде подложена на контрол.

4.1. Брой на точковите проби

Минималният брой точкови проби, които се вземат от партида консерви е посочен в таблица 1. Точковите проби, взимани от всяка консерва, са с еднакво тегло, като заедно съставят общата проба (виж точка 3.5).

Таблица 1

Брой консерви (точкови проби), които трябва да се вземат от партида, за да се формира общата проба

Брой консерви в партида или подпартида	Брой консерви, които трябва да бъдат взети
от 1 до 25	най-малко 1 консерва
от 26 до 100	най-малко 2 консерви
> 100	5 консерви

Следва да се отбележи, че максимално допустимите количества се прилагат към съдържимото на всяка консерва, но за приложимостта на изпитването е необходимо да се прилага подходът на вземане на общи проби. Ако резултатът от изпитването на общата проба е по-нисък, но близо до нормата за съдържание на неорганичен калай в храни и се предполага, че отделни консерви могат да надвишат нормите, тогава може да се наложи да се проведе по-нататъшно проучване.

4.2. Вземане на проби при търговия на дребно с храни

Когато е възможно, вземането на проби от храни при търговия на дребно следва да се извършва в съответствие с горепосочените разпоредби за вземане на проби. При невъзможност, могат да се прилагат други ефективни методи за вземане на проби при условие, че се осигурява вземане на проби, достатъчно представителни за партидата.

5. Съответствие на партида или подпартида със спецификацията

Контролната лаборатория извършва най-малко два независими анализа на лабораторната проба и изчислява средната стойност на резултатите.

Партидата се приема, ако изчислената средна стойност не надвишава съответното максимално допустимото количество (както е установено в Регламент (ЕО) № 466/2001), като се отчитат неопределеността на измерването и корекцията за

аналитичния добив.

Партидата не съответства на максимално допустимото количество (както е установено в Регламент (ЕО) № 466/2001), ако изчислената средна стойност надвишава максимално допустимото количество над допустимия толеранс и при отчитане на неопределеността на измерването и корекцията за аналитичния добив.

ПРИЛОЖЕНИЕ II

ПОДГОТОВКА НА ПРОБИ И КРИТЕРИИ ЗА МЕТОДИТЕ ЗА АНАЛИЗ, ИЗПОЛЗВАНИ ЗА ЦЕЛИТЕ НА ОФИЦИАЛНАТА ПРОВЕРКА НА СЪДЪРЖАНИЕТО НА КАЛАЙ В КОНСЕРВИРАНИ ХРАНИ

1. Предпазни мерки и общи изисквания за калай

Основното изискване е да се подготви представителна и хомогенна лабораторна проба, без да се внася вторично замърсяване.

Лицето, което извършва анализа следва да гарантира, че пробите няма да бъдат замърсени по време на подготовката им. Където е приложимо, техническите средства за измерване и изпитване (ТСИИ), които влизат в контакт с пробите, следва да бъдат изработени от инертни материали, например пластмаси, като полипропилен, PET и др., и следва да се почистват с киселини, за да се намали до минимум рискът от замърсяване. За срязване на металните ръбове може да се използва висококачествена неръждаема стомана.

Цялото количество проби, получено в лабораторията, се използва за подготовката на материала за анализ. Само пробите, които са изключително добре хомогенизирани, дават възпроизводими резултати.

Съществуват много специфични процедури за подготовка на проби, които могат да бъдат използвани. Тези, описани в Стандарта на CEN за „Определяне на следи от елементи - критерии за работа и общи положения” (1), се считат за удовлетворителни, но могат да се прилагат и други процедури.

2. Обработка на пробите при получаване в лабораторията

Общата проба следва фино да се смели (където е подходящо) и добре да се размеси чрез използване на процес, който е показал постигане на пълно хомогенизиране.

3. Разделяне на пробите за цели, свързани с прилагането на закона и отбраната

Двойните лабораторни проби за цели, свързани с прилагане на закона, индустрията (отбраната) и арбитража, следва да бъдат вземани от хомогенизирани общи проби, освен когато това противоречи на правилата за вземане на проби, валидни в държавите-членки.

4. Метод за анализ, който следва да се използва от лабораторията, и мерки за контрол на лабораторията

4.1. Дефиниции

По-долу са дадени няколко от най-широко използваните дефиниции, които лабораторията е длъжна да използва:

r = Повторяемост - стойността, под която абсолютната разлика между резултатите от две отделни изпитвания, получени в условията на повторяемост (т.е. едни и същи проба, лаборатория, лаборант и техническо средство за измерване и изпитване, както и в кратък интервал от време), може да се очаква с вероятност (обикновено 95 %), откъдето $r = 2,8 \times s_r$.

s_r = Стандартно отклонение, изчислено от резултатите, получени в условия на повторяемост.

RSD_r = Относително стандартно отклонение, изчислено от резултати, получени при условия на повторяемост ($(s_r / \bar{x}) \times 100$), където $\bar{x}$ е средната стойност на резултатите от всички лаборатории и проби.

R = Възпроизводимост - стойността, под която абсолютната разлика между резултатите от отделни изпитвания, получени в условията на възпроизводимост (т.е. идентичен материал, получен от лаборанти от различни лаборатории, използващи стандартизиран метод за изпитване), може да се очаква с вероятност (обикновено 95 %). $R = 2,8 \times s_R$.

s_R = Стандартно отклонение, стандартното отклонение, изчислено от резултати, получени при условия на възпроизводимост.

RSD_R = Относително стандартно отклонение, изчислено от резултатите, получени при условия на възпроизводимост ($(s_R / \bar{x}) \times 100$).

$HORRAT_r$ = наблюдаваното RSD_r , разделено на стойността на RSD_r , изчислена по уравнението на Хорвиц, като се приеме, че $r = 0.66 R$

$HORRAT_R$ = наблюдаваното RSD_R , разделено на стойността на RSD_R , изчислена по уравнението на Хорвиц (2)

U = разширената неопределеност, използвайки фактор за аналитичен добив 2, което дава доверителна граница около 95 %.

4.2. Общи изисквания

Методите за анализ, използвани за целите на контрола върху храните трябва да бъдат в съответствие с точки 1 и 2 от приложението към Директива 85/591/ЕИО на Съвета

от 20 декември 1985 г. относно въвеждането на методи на Общността за вземане на проби и анализ за контрола на храните, предназначени за консумация от човека.

4.3. Специфични изисквания

В случаите, когато на общностно ниво не са посочени специфични методи за определяне съдържанието на калай в консервирани храни, лабораториите могат да изберат всеки друг валидиран метод, при условие че той отговаря на критериите за оценка, посочени в таблица 2. В идеалния случай валидирането следва да включва използването на сертифициран референтен материал.

Таблица 2

Критерии за оценка на методите за анализ за калай

Параметър	Стойност/коментар
Приложимост	Храните, посочени в Регламент (ЕО) № 242/2004
Граница на откриване	Не повече от 5 mg/kg
Граница на определяне	Не повече от 10 mg/kg
Прецизност	Стойности на HORRAT _r или HORRAT _R , по-малки от 1,5 при сравнителни изпитвания за валидиране.
Аналитичен добив	80% – 105 % (както е посочено при сравнителното изпитване)
Специфичност	Без матрични и спектрални пречения

4.3.1. Критерии за оценка - подход на функцията на неопределеност

За да се прецени дали методът за анализ, използван от лабораторията е подходящ, може да се използва и подход, основан на изчислението на степента на неопределеност. Лабораторията може да използва метод, който ще даде резултати с максималната стандартна неопределеност. Максималната стандартна неопределеност може да бъде изчислена чрез следната формула:

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

където:

U_f е максималната стандартна неопределеност
LOD е границата на откриване на метода
C е определената концентрация

Ако аналитичният метод дава резултати, чиято степен на неопределеност е по-ниска от максималната стандартна неопределеност, методът ще бъде еднакво подходящ като метод, който отговаря на критериите, посочени в таблица 2.

4.4. Изчисляване на аналитичния добив и отчитане на резултатите:

Аналитичният резултат се посочва коригиран или некоригиран за аналитичния добив. Начинът на посочване и нивото на аналитичния добив трябва да бъдат отбелязани. Аналитичният резултат, коригиран за аналитичния добив, се използва за проверка на съответствието (виж приложение I, точка 5).

Лицето, извършващо анализа, следва да отчете изискванията на "Съгласуваното ръководство за използване на информацията за аналитичния добив при аналитичните измервания"(3), разработено под егидата на IUPAC/ISO/AOAC. Ръководството служи при определянето на факторите на аналитичния добив.

Аналитичният резултат трябва да бъде изразен като $x \pm U$, където x е аналитичният резултат, а U – неопределеността на измерването.

4.5. Лабораторни стандарти за качество

При допълнителните измервания във връзка с официалния контрол върху храните лабораториите трябва да спазват Директива 93/99/ЕИО на Съвета от 29 октомври 1993 г.

4.6. Други изисквания към анализа:

Изпитване за годност

Участие в подходящи схеми на междублабораторни изпитвания, които отговарят на "Международния съгласуван протокол за междублабораторни изпитвания за аналитични (химични) лаборатории" (4), разработен под егидата на IUPAC/ISO/AOAC.

Някои от тези схеми специално включват определянето на съдържанието на калай в храни и участието в тях е препоръчително пред участие в обща схема за определяне на тежки метали в храни.

.

Вътрешен контрол на качеството

Лабораториите следва да могат да демонстрират, че прилагат вътрешни процедури за контрол на качеството. Такива могат да бъдат намерени в "Ръководство на ISO/AOAC/ IUPAC за вътрешен контрол на качеството в аналитични (химични) лаборатории" (5).

Подготовка на пробата

Необходимо е специално да се гарантира, че цялото количество калай от пробата е било вложено в разтвора за анализ. По-специално е прието, че процедурата за разтваряне на пробата трябва да е такава, че да няма преципитирани хидролизирани SnIV разновидности (т.е. разновидности като SnO_2 , $\text{Sn}(\text{OH})_4$, $\text{SnO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$).

Подготвените проби се съхраняват в 5 mol/l HCl. SnCl_4 е лесно летлив и поради това разтворите не следва да завират.

ИЗТОЧНИЦИ:

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, под редакцията на Michael Thompson, Steven L R Ellison, Ales Fajgelj, Paul Willetts и Roger Wood, Pure Appl.Chem., 1999, 71, 337 - 348.
4. ISO/AOAC/IUPAC International Harmonised Protocol for Proficiency Testing of (Chemical) Analytical Laboratories, под редакцията на M Thompson и R Wood, Pure Appl. Chem., 1993, 65, 2123 - 2144 (публикувано и в J. AOAC International, 1993, 76, 926).
5. ISO/AOAC/IUPAC International Harmonised Guidelines for Internal Quality Control in Analytical Chemistry Laboratories, под редакцията на M Thompson и R Wood, Pure Appl. Chem., 1995, 67, 649 - 666.