

MAGYAR ÉLELMISZERKÖNYV  
(Codex Alimentarius Hungaricus)

Hivatalos Élelmiszervizsgálati Módszergyűjtemény

**3-1-2004/16 számú előírás**  
(1. kiadás)

**Mintavételi és vizsgálati módszerek a konzervekben lévő ón mennyiségének  
hatósági ellenőrzésére**

**1. §**

(1) Az élelmiszerekben lévő ón mennyiségének hatósági ellenőrzése során az *1. számú mellékletben* leírt mintavételi módszereket kell alkalmazni.

(2) Az élelmiszerekben lévő ón mennyiségének hatósági ellenőrzésére alkalmazható analitikai módszerekhez a minta-előkészítést és az analitikai módszerek alkalmazásának feltételeit a *2. számú melléklet* tartalmazza.

**2. §**

Az összes óntartalmat mérő módszerek megfelelnek a szerves formában jelen lévő ón ellenőrzésére. A szerves formában esetleg jelen lévő ón mennyisége elhanyagolható a szerves formában jelen lévő ónra megállapított határértékekhez képest.

**3. §**

Ez az előírás 2005. január 15-én lép hatályba.

**4. §**

Ez az előírás az élelmiszerkonzervek óntartalmának hatósági ellenőrzésére szolgáló mintavételi és vizsgálati módszerek megállapításáról szóló, a Bizottság 2004. február 12-i 2004/16/EK irányelvének való megfelelést szolgálja.

## Mintavételi módszerek a konzervekben lévő ón mennyiségének hatósági ellenőrzésére

### 1. Cél és alkalmazási terület

A konzervekben lévő ón mennyiségének hatósági ellenőrzéséhez a következőkben ismertetett módszerek szerint kell a mintát venni. Az ezekkel a módszerekkel vett átlagmintákat a tételekre nézve reprezentatívoknak kell tekinteni. Az élelmiszerekben előforduló egyes szennyező anyagok legmagasabb értékének meghatározásáról szóló, a Bizottság 2001. március 8-i 466/2001/EK rendeletében (a továbbiakban: 466/2001/EK rendelet) megállapított határértékeknek való megfelelést, a laboratóriumi mintákból meghatározott értékek alapján kell megállapítani.

### 2. Fogalom-meghatározások

|                             |  |
|-----------------------------|--|
| <i>Tétel:</i>               | Hatósági vizsgálat alapján azonos jellemzőjű – eredet, fajta, csomagolási mód, csomagolás vagy jelölés – élelmiszer-féleség egy időben szállított, meghatározott mennyisége. |
| <i>Mintavételi egység:</i>  | A nagy tétel mintavételre kiválasztott meghatározott része. Az egyes mintavételi egységeknek fizikailag elkülöníthetőeknek és azonosíthatóaknak kell lenniük.                |
| <i>Egyedi minta:</i>        | A tétel vagy a mintavételi egység egy helyéről vett minta.   |
| <i>Átlagminta:</i>          | A tételből vagy a mintavételi egységből vett egyedi minták egyesítésével és összekeverésével kapott minta.   |
| <i>Laboratóriumi minta:</i> | A laboratóriumi vizsgálatra szánt minta.   |

### 3. Általános rendelkezések

#### 3.1. Mintavevők

A mintavételt tapasztalt, szakmai gyakorlattal rendelkező, képzett mintavevőnek vagy mintavételre szakosított szervezet megbízottjának kell végeznie.

#### 3.2. A mintavételre kijelölt anyag

Minden vizsgálandó tételből külön kell mintát venni.

#### 3.3. Óvintézkedések

A mintavétel és a laboratóriumi minta előkészítése során óvintézkedéseket kell tenni minden olyan változás elkerülése érdekében, amely hatással lehet az óntartalomra, az analitikai meghatározást hátrányosan befolyásolhatja, vagy az átlagminta reprezentatív jellegét megszüntetheti.

#### 3.4. Egyedi minták

Az egyedi mintákat lehetőség szerint különböző, a tétel vagy a mintavételi egység egészén egyenletesen elosztott helyekről kell venni. Az ettől való eltérést a mintavételi jegyzőkönyvben fel kell tüntetni.

#### 3.5. Az átlagminta elkészítése

Az átlagmintát az összes egyedi minta egyesítésével készítjük. Az átlagmintát a laboratóriumban homogenizálni kell.

#### 3.6. Párhuzamos laboratóriumi minták

Hatósági, kereskedelmi (ellenminta) és referenciaminta céljaira a homogenizált átlagmintából párhuzamos laboratóriumi mintákat kell kialakítani, ha az nem ellentétes más mintavételi

szabályokkal.

### 3.7. A minták csomagolása és szállítása

Az egyes mintákat tiszta, semleges csomagolásba kell helyezni, amely megfelelő védelmet nyújt a szállítás során a szennyeződéssel és károsodással szemben. Minden szükséges óvintézkedést meg kell tenni, hogy a minta szállítása és tárolása során annak összetételében semmiféle változás ne következhesen be.

### 3.8. A minta lezárása és jelölése

Minden hatósági célra vett mintát a mintavétel helyén le kell zárni, és hatósági jelzéssel kell ellátni. Minden mintavételkor jegyzőkönyvet kell felvenni, amely lehetővé teszi minden egyes tétel kétséget kizáró azonosítását, tartalmazza a mintavétel helyét és idejét, valamint minden olyan további adatot, amely a vizsgálatot végző számára feltételezhetően fontos lehet.

## 4. Mintavételi tervek

Az alkalmazott mintavételi módszernek biztosítania kell, hogy az átlagminta az ellenőrizendő tételre vonatkozóan reprezentatív legyen.

### 4.1. Az egyedi minták száma

Az egy tételből veendő konzervdobozok legkisebb számát az 1. táblázat tartalmazza. Az átlagminta (lásd a 3.5. pontot) kialakításához egy-egy konzervdobozból kiveendő egyedi minták tömegének egymáshoz hasonlóknak kell lennie.

*1. táblázat  
A tételből kiveendő konzervdobozok (egyedi minták) száma*

| A tételben vagy mintavételi egységben lévő konzervdobozok száma | A kiveendő konzervdobozok száma |
|---|---------------------------------|
| 1-25  | legalább 1 doboz                |
| 26-100  | legalább 2 doboz                |
| >100  | 5 doboz                         |

A felső határértékek az egyes konzervdobozok tartalmára vonatkoznak, viszont a vizsgálatok kivitelezhetősége szempontjából az átlagminta-vételi szemléletet kell alkalmazni. Ha az átlagminta vizsgálati eredménye a felső határérték alatt, de ahhoz közel van, és feltételezhetően az egyes konzervdobozok tartalma meghaladhatja a határértéknek megfelelő óntartalmat, akkor további vizsgálatokra lehet szükség.

### 4.2. Mintavétel a kiskereskedelemben

A kiskereskedelmi forgalomban lévő élelmiszerek mintavételét, ha lehetséges, a fenti mintavételi előírásokkal összhangban kell végezni. Ha ez nem lehetséges, akkor a kiskereskedelemben más, hatékony mintavételi eljárást kell alkalmazni, feltéve, ha az biztosítja, hogy a vett minta reprezentálja a mintavételre kijelölt tételt.

## 5. A tétel vagy a mintavételi egység megfelelősége

Az ellenőrző laboratóriumnak a hatósági célra vett laboratóriumi mintából mindig két párhuzamos vizsgálatot kell végeznie, és az eredményeket átlagolnia kell.

A tétel megfelelő, ha az átlagérték a mérési bizonytalanságot és a visszanyerést figyelembe véve nem haladja meg az élelmiszerekben előforduló egyes szennyező anyagok legmagasabb értékének

meghatározásáról szóló, a Bizottság 2001. március 8-i 466/2001/EK rendeletében (a továbbiakban: 466/2001/EK rendelet) meghatározott, vonatkozó felső határértéket.

A tétel nem megfelelő, ha az átlagérték a mérési bizonytalanságot és a visszanyerést figyelembe véve egyértelműen meghaladja a 466/2001/EK rendeletben meghatározott, vonatkozó felső határértéket.

**Minta-előkészítés a konzervekben lévő ón mennyiségének  
hatósági ellenőrzésére alkalmazott analitikai módszerekhez, és  
a módszerekkel szemben támasztott követelmények**

### **1. Az ónra vonatkozó óvintézkedések és általános megállapítások**

Alapvető követelmény a reprezentatív és homogén laboratóriumi minta biztosítása, anélkül, hogy másodlagos szennyeződés bekövetkezne.

A vizsgálónak biztosítania kell, hogy a minták ne szennyeződjenek a minta-előkészítés során. A mintával érintkező eszközöknek lehetőség szerint semleges anyagokból, például olyan műanyagokból, mint a poli-propilén, a poli(tetrafluór-tilén) kell készülniük, és ezeket az anyagokat a szennyeződés kockázatának csökkentése céljából savval kell megtisztítani. A vágóeszközök készülhetnek jó minőségű rozsdamentes acélból.

A vizsgálati anyag előkészítéséhez a laboratóriumba beérkezett összes mintamennyiséget fel kell használni. Csak a nagyon finomra aprított, homogén minták adnak reprodukálható eredményeket.

Sok megfelelő minta-előkészítési módszert lehet találni. A „Nyomelemek meghatározása. Teljesítményjellemzők és általános megállapítások” című CEN szabványban ismertetett módszerek kielégítőek, de más módszerek is megfelelőek lehetnek.

### **2. A laboratóriumba érkezett minta kezelése**

Az egész átlagmintát (szükség szerint) finomra kell őrölni, és alaposan össze kell keverni, olyan eljárással, amellyel bizonyítottan teljes homogenitás érhető el.

### **3. Hatósági és ellenminták képzése**

Hatósági, ellenminta és referenciaminta céljára a homogenizált laboratóriumi mintákból párhuzamos mintákat kell képezni, ha az nem ütközik más mintavételi szabályokba.

### **4. A laboratórium által alkalmazandó vizsgálati módszer és laboratóriumi ellenőrzési követelmények**

#### **4.1. Fogalommeghatározások**

- $r$  = ismételhetőség, az az érték, amelynél az ismételhetőségi feltételek (azaz, ugyanaz a minta, ugyanaz a vizsgáló, ugyanaz a felszerelés, ugyanaz a laboratórium és kis időkülönbség) mellett kapott, két egyedi vizsgálati eredmény közötti abszolút eltérés meghatározott (jellemzően 95%) valószínűséggel kisebbnek várható;  $r=2,8 \times s_r$ .
- $s_r$  = szórás, az ismételhetőségi feltételek mellett kapott eredményekből számítva.
- $RSD_r$  = relatív szórás, az ismételhetőségi feltételek mellett kapott eredményekből számítva,  $[(s_r/x) \times 100]$ , ahol  $x$  az összes laboratóriumban, az összes mintán végzett vizsgálatok eredményeinek az átlaga.
- $R$  = reprodukálhatóság, az az érték, amelynél a reprodukálhatósági feltételek mellett (azaz azonos anyagon, különböző laboratóriumokban lévő vizsgálatok által egységes módszert alkalmazva) kapott két egyedi vizsgálati eredmény közötti abszolút eltérés

- meghatározott (jellemzően 95%) valószínűséggel kisebbnek várható;  $R=2,8 \times s_R$ .
- $s_R$  = szórás, a reprodukálhatósági feltételek mellett kapott eredményekből számítva.
- $RSD_R$  = relatív szórás, a reprodukálhatósági feltételek mellett kapott eredményekből számítva  $[(s_R/\bar{x}) \times 100]$ .
- $HORRAT_r$  = a mérések alapján számított  $RSD_r$  osztva a Horwitz-egyenletből,  $r=0,66R$  összefüggést feltételezve, becsült  $RSD_r$  értékkel.
- $HORRAT_R$  = a mérések alapján számított  $RSD_R$  osztva a Horwitz-egyenletből (2) számított  $RSD_R$ -értékkel.
- $U$  = kiterjesztett mérési bizonytalanság 2-es kiterjesztési tényezővel számolva, amely megközelítőleg 95% konfidenciaszintnek felel meg.

#### 4.2. Általános követelmények

A élelmiszerek ellenőrzésére szolgáló vizsgálati módszereknek meg kell felelniük a vonatkozó előírásoknak.

#### 4.3. Speciális követelmények

Ahol nincs előírt módszer az élelmiszerekben lévő ón mennyiségének meghatározására, a laboratóriumok bármelyik módszert választhatják, amelynek a következő követelményeknek kell megfelelnie:

2. táblázat: Ónvizsgálati módszerek teljesítményjellemzői

| Jellemző            | Érték/megjegyzés   |
|---------------------|--|
| Alkalmazhatóság     | Az élelmiszerekben található szerves ón tekintetében a 466/2001/EK rendelet módosításáról szóló, a Bizottság 2004. február 12-i 242/2004/EK rendeletében megadott élelmiszerek |
| Kimutatási határ    | Nem több, mint 5 mg/kg   |
| Meghatározási határ | Nem több, mint 10 mg/kg  |
| Precizitás          | Validálási körvizsgálatban 1,5 alatti $HORRAT_r$ - vagy $HORRAT_R$ -érték  |
| Visszanyerés        | 80-105% (amint az a körvizsgálatban is látható)  |
| Specifikusság       | Mátrix- vagy spektrális zavaró hatásoktól mentes   |

##### 4.3.1. Teljesítményjellemzők – A mérési bizonytalanság függvény

A laboratórium által alkalmazott vizsgálati módszer alkalmassága megítélhető a mérési bizonytalanság alapján is. A laboratórium olyan vizsgálati módszert alkalmazhat, amelynek mérési bizonytalansága kisebb, mint a legnagyobb standard mérési bizonytalanság. A legnagyobb standard mérési bizonytalanságot a következő képlettel lehet kiszámítani:

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

ahol:

- $U_f$  a legnagyobb standard mérési bizonytalanság  
 $LOD$  a módszer kimutatási határa  
 $C$  a megfelelő koncentráció

Ha egy vizsgálati módszer esetében az eredményhez tartozó mérési bizonytalanság kisebb, mint a legnagyobb standard mérési bizonytalanság, akkor a módszer ugyanúgy alkalmas, mint az a módszer, amely megfelel a 2. táblázatban megadott teljesítményjellemzőknek.

#### 4.4. A visszanyerés számítása és az eredmények megadása

Az analitikai vizsgálat eredményét a visszanyeréssel korigálva vagy korrekció nélkül kell megadni. Az eredmény megadásának módját és a visszanyerés nagyságát fel kell tüntetni. A visszanyeréssel korigált analitikai eredményt a megfelelőség ellenőrzésére használjuk (lásd az *1. számú melléklet* 5. pontját).

A vizsgálónak a IUPAC/ISO/AOAC által összeállított, az analitikai mérések során a visszanyerési eredmények használatának harmonizált irányelveit (Harmonised Guidelines for the Use of Recovery Information in Analytical Measurement) figyelembe kell vennie. Az irányelvek segítséget nyújtanak a visszanyerési százalékok meghatározása során.

Az analitikai eredményt  $x \pm U$  formában kell megadni, ahol  $x$  az analitikai eredmény,  $U$  a mérési bizonytalanság.

#### 4.5. Laboratóriumi minőségügyi normák

A laboratóriumoknak meg kell megfelelniük a vonatkozó előírásoknak.

#### 4.6. A vizsgálatra vonatkozó egyéb megállapítások

##### Jártassági körvizsgálat

A IUPAC/ISO/AOAC által összeállított, a kémiai analitikai laboratóriumok számára szervezett jártassági körvizsgálatok nemzetközi harmonizált eljárásrendjének (International Harmonised Protocol for the Proficiency Testing of (Chemical) Analytical Laboratories) megfelelő körvizsgálatokban való részvétel.

Megfelelőbb az óntartalom élelmiszerekben való meghatározására irányuló jártassági körvizsgálatokban részt venni, mint az olyan körvizsgálatokban, amelyek célja a fémtartalom élelmiszerekben való meghatározása.

##### Belső minőség-ellenőrzés

A laboratóriumoknak be kell tudni mutatniuk, hogy vannak belső minőség-ellenőrzési eljárásaik. Ezekre példát láthatunk az ISO/AOAC/IUPAC analitikai kémiai laboratóriumok belső minőség-ellenőrzésének irányelveiben (ISO/AOAC/IUPAC Guidelines on Internal Quality Control in Analytical Chemistry Laboratories).

##### Minta-előkészítés

Gondoskodni kell arról, hogy a vizsgálatához a mintában lévő összes ón oldatba kerüljön. Az eljárás során csak olyan mértékű hígítás alkalmazható, amelynél a hidrolizált Sn(IV)-vegyületek (mint például az  $\text{SnO}_2$ ,  $\text{Sn}(\text{OH})_4$ ,  $\text{SnO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ) nem válnak ki csapadékformában.

1. Az előkészített mintákat 5 mol/l-es HCl-ben kell tartani, de figyelemmel arra, hogy az  $\text{SnCl}_4$  illékony, az oldatokat nem szabad forralni.