

32001L0022

L 77/14

DZIENNIK URZĘDOWY WSPÓLNOT EUROPEJSKICH

16.3.2001

DYREKTYWA KOMISJI 2001/22/WE

z dnia 8 marca 2001 r.

ustanawiająca metody pobierania próbek i metody analiz do celów urzędowej kontroli poziomów ołowiu, kadmu, rtęci i 3-MCPD w środkach spożywczych

(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⁾, w szczególności jej art. 1,

a także mając na uwadze, co następuje:

- (1) W rozporządzeniu Rady (EWG) nr 315/93 z dnia 8 lutego 1993 r. ustanawiającym procedury Wspólnoty w odniesieniu do substancji skażających w żywności ⁽²⁾ stwierdza się, że dla ochrony zdrowia publicznego należy ustalić maksymalne poziomy niektórych zanieczyszczeń w środkach spożywczych.
- (2) Rozporządzenie Komisji (WE) nr 466/2001 z dnia 8 marca 2001 r. ustalające najwyższe dopuszczalne poziomy dla niektórych zanieczyszczeń w środkach spożywczych ⁽³⁾ określa między innymi maksymalne poziomy ołowiu, kadmu, rtęci i 3-monochloropropanodiolu-1,2 (3-MCPD) w środkach spożywczych i odwołuje się do środków ustanawiających metody pobierania próbek i analiz, jakie należy stosować.
- (3) Ogólne zasady wykonywania kontroli środków spożywczych ustanowiono w dyrektywie Rady 89/397/EWG z dnia 14 czerwca 1989 r. w sprawie urzędowej kontroli środków spożywczych ⁽⁴⁾. W dyrektywie Rady 93/99/EWG z dnia 29 października 1993 r. w sprawie dodatkowych środków urzędowej kontroli środków spożywczych ⁽⁵⁾ wprowadzono system norm jakości dla laboratoriów, którym Państwa Członkowskie powierzają urzędową kontrolę środków spożywczych.

- (4) Zasadnicze znaczenie dla uzyskiwania reprezentatywnych wyników w celu ustalania poziomów substancji zanieczyszczających, które mogą być niejednociele rozłożone w danej partii, ma pobieranie próbek.
- (5) Ogólne kryteria dotyczące metod pobierania próbek i analizy ustalono w dyrektywie 85/591/EWG, ale w niektórych przypadkach niezbędne są bardziej szczegółowe kryteria, aby zagwarantować, że laboratoria, które przeprowadzają kontrole, stosują metody analizy dające porównywalne wyniki.
- (6) Przepisy dotyczące pobierania próbek i metod analiz zostały sporządzone na podstawie aktualnej wiedzy i mogą zostać zmienione w celu uwzględnienia postępu wiedzy naukowej i technicznej.
- (7) Środki przewidziane w niniejszej dyrektywie są zgodne z opinią Stałego Komitetu ds. Środków Spożywczych,

PRZYJMUJE NINIEJSZĄ DYREKTYWĘ:

Artykuł 1

Państwa Członkowskie podejmują wszelkie niezbędne środki, aby zagwarantować, że pobieranie próbek do celów urzędowej kontroli poziomów ołowiu, kadmu, rtęci i 3-MCPD w środkach spożywczych odbywa się zgodnie z metodami opisanymi w załączniku I do niniejszej dyrektywy.

Artykuł 2

Państwa Członkowskie podejmują wszelkie niezbędne środki, aby zagwarantować, że przygotowywanie próbek oraz metody analiz stosowane do celów urzędowej kontroli poziomów ołowiu, kadmu, rtęci i 3-MCPD w środkach spożywczych są zgodne z kryteriami opisanymi w załączniku II do niniejszej dyrektywy.

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

⁽²⁾ Dz.U. L 37 z 13.2.1993, str. 1.

⁽³⁾ Dz.U. L 77 z 16.3.2001, str. 1.

⁽⁴⁾ Dz.U. L 186 z 30.6.1989, str. 23.

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

Artykuł 3

Państwa Członkowskie wprowadzą w życie nie później niż do dnia 5 kwietnia 2003 r. przepisy ustawowe, wykonawcze i administracyjne niezbędne do wykonania niniejszej dyrektywy i niezwłocznie powiadomią o tym Komisję.

Wspomniane środki zawierają odniesienie do niniejszej dyrektywy lub odniesienie to towarzyszy ich urzędowej publikacji. Metody dokonywania takiego odniesienia określone są przez Państwa Członkowskie.

Artykuł 4

Niniejsza dyrektywa wchodzi w życie dwudziestego dnia po jej opublikowaniu w *Dzienniku Urzędowym Wspólnot Europejskich*.

Niniejsza dyrektywa skierowana jest do Państw Członkowskich.

Sporządzono w Brukseli, dnia 8 marca 2001 r.

W imieniu Komisji

David BYRNE

Członek Komisji

ZAŁĄCZNIK I

METODY POBIERANIA PRÓBEK DO CELÓW URZĘDOWEJ KONTROLI POZIOMÓW OŁOWIU, KADMU, RTĘCI I 3-MCPD W NIEKTÓRYCH ŚRODKACH SPOŻYWCZYCH**1. CEL I ZAKRES**

Próbki przeznaczone do urzędowej kontroli poziomów zawartości ołowiu, kadmu, rtęci i 3-MCPD w środkach spożywczych pobiera się zgodnie z opisanymi poniżej metodami. Uzyskiwane w ten sposób połączone próbki uważa się za reprezentatywne dla partii lub części partii, z których zostały pobrane. Zgodność z maksymalnymi poziomami określonymi w rozporządzeniu (WE) nr 466/2001 ustanawia się na podstawie poziomów ustalonych w próbkach laboratoryjnych.

2. DEFINICJE

Partia:	możliwa do zidentyfikowania ilość żywności, która została dostarczona w jednym terminie i co do której urzędnik stwierdził, że posiada takie wspólne właściwości, jak pochodzenie, odmiana, rodzaj opakowania, pakowacz, nadawca lub oznakowania. W przypadku ryb porównywalna musi być także wielkość ryb.
Część partii:	część dużej partii wskazana w celu zastosowania metody pobierania próbek na tej wskazanej części. Każda część partii musi być fizycznie wyodrębniona i możliwa do zidentyfikowania.
Próbka pierwotna:	ilość materiału pobrana z jednego miejsca w partii lub części partii.
Próbka zbiorcza:	całość stanowiąca połączenie wszystkich próbek pierwotnych pobranych z partii lub części partii.
Próbka laboratoryjna:	próbka przeznaczona dla laboratorium.

3. PRZEPISY OGÓLNE**3.1 Personel**

Próbki pobiera upoważniona i wykwalifikowana osoba wskazana przez Państwa Członkowskie.

3.2 Materiał do próbkowania

Z każdej partii, która ma zostać zbadana, próbki należy pobierać oddzielnie.

3.3 Wymagane środki ostrożności

W trakcie pobierania próbek i przygotowywania próbek laboratoryjnych należy podjąć środki ostrożności zapobiegające wszelkim zmianom, które miałyby wpływ na zawartość ołowiu, kadmu, rtęci i 3-MCPD i mogłyby niekorzystnie wpłynąć na oznaczenie analityczne lub spowodować, że próbki połączone nie będą reprezentatywne.

3.4 Próbki pierwotne

W miarę możliwości próbki pierwotne pobiera się z różnych miejsc w całej partii lub części partii. Odstępstwo od tej procedury należy odnotować w rejestrze przewidzianym w ppkt 3.8.

3.5 Przygotowanie próbki zbiorczej

Próbkę zbiorczą tworzy się poprzez połączenie wszystkich próbek pierwotnych. Taka próbka waży co najmniej 1 kg, chyba że nie jest to uzasadnione ze względów praktycznych, np. gdy próbki pobierano z jednego opakowania.

3.6 Dzielenie połączonej próbki na próbki laboratoryjne do celów wykonania, ochrony i arbitrażu

Próbki laboratoryjne do celów wykonania, handlu (ochrony) i arbitrażu pobiera się ze zbiorczych próbek, jeżeli nie koliduje to z przepisami Państw Członkowskich w zakresie pobierania próbek. Wielkość próbek laboratoryjnych do celów wykonania musi umożliwiać przynajmniej dwukrotną analizę.

3.7 Opakowanie i przewóz próbek zbiorczych i laboratoryjnych

Każdą próbkę zbiorczą i laboratoryjną umieszcza się w czystym, nieaktywnym pojemniku zapewniającym odpowiednią ochronę przez zanieczyszczeniem, zabezpieczającym przed utratą analitów poprzez adsorpcję do wewnętrznej ścianki pojemnika oraz przed uszkodzeniem w czasie przewozu. Należy podjąć wszelkie niezbędne środki ostrożności, aby zapobiec zmianom w składzie próbek zbiorczych i laboratoryjnych, jakie mogłyby wystąpić w trakcie przewozu lub magazynowania.

3.8 Pieczętowanie i etykietowanie próbek zbiorczych i laboratoryjnych

Każda próbka pobrana do celów urzędowych powinna być szczelnie zamknięta w miejscu jej pobrania oraz oznaczona zgodnie z przepisami Państw Członkowskich. Dla każdej pobranej próbki prowadzi się rejestr, który pozwala jednoznacznie zidentyfikować każdą partię i w którym podaje się datę oraz miejsce pobrania próbek wraz z wszelkimi dodatkowymi informacjami, jakie mogą być pomocne dla analityka.

4. PLANY POBIERANIA PRÓBEK

Optymalnie pobieranie próbek powinno odbywać się w momencie, gdy towar zostaje wprowadzony do łańcucha pokarmowego i możliwe jest już zidentyfikowanie odrębnej partii. Należy stosować taką metodę pobierania próbek, która gwarantuje, że próbka zbiorcza jest reprezentatywna dla partii przeznaczonej do kontroli.

4.1 Liczba próbek pierwotnych

W przypadku produktów ciekłych, co do których można założyć, że dany czynnik powodujący skażenie jest jednolicie rozłożony w danej partii, z danej partii wystarczy pobrać jedną próbkę pierwotną, która stanowi próbkę zbiorczą. Należy podać odniesienie do numeru partii. Produkty ciekłe zawierające hydrolizowane białko roślinne (HVP) lub sos sojowy w postaci cieczy należy przed pobraniem próbki pierwotnej mocno wstrząsnąć lub ujednorodnić za pomocą innych odpowiednich środków.

Jeżeli chodzi o inne produkty, minimalną liczbę próbek pierwotnych, jaką należy pobierać z danej partii, podano w tabeli 1. Próbki pierwotne muszą mieć zbliżoną masę. Odstępstwo od tej procedury należy odnotować w rejestrze przewidzianym w ppkt 3.8.

Tabela 1: Minimalna liczba próbek pierwotnych, jaką należy pobrać z partii

Masa partii (kg)	Minimalna liczba próbek pierwotnych, jaką należy pobrać
< 50	3
50–500	5
> 500	10

W przypadku partii składających się z pojedynczych opakowań liczbę opakowań, które mają tworzyć próbkę zbiorczą, podano w tabeli 2.

Tabela 2: Liczba opakowań (próbek pierwotnych), które mają tworzyć próbkę zbiorczą, jeżeli partia składa się z pojedynczych opakowań.

Liczba opakowań lub jednostek w partii	Liczba opakowań lub jednostek, z których należy pobrać próbkę
1–25	1 opakowanie lub jednostka
26–100	Około 5 %, co najmniej 2 opakowania lub jednostki
> 100	Około 5 %, najwyżej 10 opakowań lub jednostek

5. ZGODNOŚĆ PARTII LUB CZĘŚCI PARTII ZE SPECYFIKACJĄ

Laboratorium kontrolujące przeprowadza co najmniej dwie niezależne analizy próbek laboratoryjnych do celów stosowania i oblicza średnią tych wyników. Partia zostaje zaakceptowana, jeżeli średnia jest zgodna z odpowiednim maksymalnym poziomem ustanowionym w rozporządzeniu (WE) nr 466/2001. Partia zostaje odrzucona, jeżeli średnia przewyższa odpowiedni maksymalny poziom.

ZAŁĄCZNIK II

**PRZYGOTOWYWANIE PRÓBEK I KRYTERIA DOTYCZĄCE METOD ANALIZ STOSOWANYCH
W URZĘDOWEJ KONTROLI POZIOMÓW OŁOWIU, KADMU, RTĘCI I 3-MCPD W NIEKTÓRYCH
ŚRODKACH SPOŻYWCZYCH**

1. WPROWADZENIE

Podstawowym wymogiem jest uzyskanie reprezentatywnej i jednorodnej próbki laboratoryjnej bez wprowadzania wtórnych zanieczyszczeń.

2. SPECJALNE PROCEDURY PRZYGOTOWYWANIA PRÓBEK DOTYCZĄCE OŁOWIU, KADMU I RTĘCI

Istnieje wiele zadowalających specjalnych procedur przygotowywania próbek, które można stosować w odniesieniu do tych produktów. Za zadowalające uznano procedury opisane w projekcie normy CEN „Środki spożywcze — oznaczanie pierwiastków śladowych — kryteria wykonania i uwagi ogólne”, ale równie odpowiednie mogą być inne procedury.

W przypadku każdej stosowanej procedury należy zwrócić uwagę na następujące sprawy

- małże, skorupiaki i małe ryby: jeżeli są one spożywane w całości, w analizowanym materiale należy uwzględnić wnętrzości,
- warzywa: bada się wyłącznie część jadalną, przy czym należy uwzględnić wymogi rozporządzenia (WE) nr 466/2001.

3. METODA ANALIZY STOSOWANA PRZEZ LABORATORIUM I WYMOGI DOTYCZĄCE KONTROLI W LABORATORIUM

3.1 Definicje

Poniżej podano szereg najpowszechniej używanych definicji, które laboratorium zobowiązane jest stosować.

r = powtarzalność; wartość, poniżej której można oczekiwać, że bezwzględna różnica między dwoma wynikami pojedynczych badań uzyskanymi w warunkach powtarzalności (tj. ta sama próbka, ten sam operator, ten sam aparat, to samo laboratorium i krótki odstęp czasu) będzie znajdowała się na określonym poziomie prawdopodobieństwa (na ogół 95 %) — stąd $r = 2,8 \times s_r$.

s_r = odchylenie standardowe, obliczane na podstawie wyników otrzymywanych w warunkach powtarzalności.

RSD_r = względne odchylenie standardowe, obliczane na podstawie wyników otrzymywanych w warunkach powtarzalności [$(s_r/\bar{x}) \times 100$], gdzie \bar{x} jest średnią wyników ze wszystkich laboratoriów i próbek.

R = odtwarzalność; wartość, poniżej której można oczekiwać, że bezwzględna różnica między wynikami pojedynczych badań uzyskanymi w warunkach odtwarzalności (tj. z identycznego materiału otrzymanego przez operatorów w różnych laboratoriach, przy zastosowaniu ujednoliconej metody przeprowadzania badań) będzie znajdować się na określonym poziomie prawdopodobieństwa (na ogół 95 %); $R = 2,8 \times s_r$.

s_R = odchylenie standardowe, obliczane na podstawie wyników otrzymywanych w warunkach odtwarzalności.

$RSD_R =$ względne odchylenie standardowe, obliczane na podstawie wyników otrzymywanych w warunkach odtwarzalności $[(s_R/\bar{x}) \times 100]$

$HORRAT_r =$ obserwowane RSD_r podzielone przez wartość RSD_r szacowaną na podstawie równania Horwitza przy założeniu, że $r = 0,66R$

$HORRAT_R =$ obserwowana wartość RSD_R podzielona przez wartość RSD_R obliczaną na podstawie równania Horwitza^b.

3.2 Wymogi ogólne

Metody analiz stosowane do celów kontroli żywności muszą być w każdym przypadku, gdy będzie możliwe zgodne z przepisami pkt 1 i 2 Załącznika do dyrektywy 85/591/EWG.

Jeżeli chodzi o analizę ołowiu w winie, metodę, którą należy stosować, określono w rozdziale 35 Załącznika do rozporządzenia Komisji (EWG) nr 2676/90 ⁽¹⁾ określającego wspólnotowe metody analizy wina.

3.3 Wymogi szczególne

3.3.1 Analizy ołowiu, kadmu i rtęci

Nie określono zalecanych specjalnych metod ustalania zawartości ołowiu, kadmu i rtęci. Laboratoria muszą stosować zatwierdzoną metodę, która spełnia kryteria wykonawcze podane w tabeli 3. W miarę możliwości w materiałach używanych w przeprowadzanych we współpracy badaniach próbnych należy uwzględnić certyfikowany materiał odniesienia.

Tabela 3: Kryteria wykonawcze dotyczące metod analizy ołowiu, kadmu i rtęci

Parametr	Wartość/uwagi
Zastosowanie	Żywność wymieniona w rozporządzeniu (WE) nr 466/2001
Granica wykrywalności	Najwyżej jedna dziesiąta dopuszczalnej wartości określonej w specyfikacji w rozporządzeniu (WE) nr 466/2001, chyba że wartość dopuszczalna specyfikacji dla ołowiu wynosi poniżej 0,1 mg/kg. W tym drugim przypadku — najwyżej jedna piąta wartości dopuszczalnej specyfikacji.
Granica oznaczalności ilościowej	Najwyżej jedna piąta dopuszczalnej wartości określonej w specyfikacji w rozporządzeniu (WE) nr 466/2001, chyba że wartość dopuszczalna specyfikacji dla ołowiu wynosi poniżej 0,1 mg/kg. W tym drugim przypadku — najwyżej dwie piąte wartości dopuszczalnej specyfikacji.
Precyzja	Wartości $HORRAT_r$ lub $HORRAT_R$ na poziomie poniżej 1,5 w przeprowadzanej we współpracy próbie.
Odzysk	80–120 % (zgodnie ze wskazaniem próby przeprowadzonej we współpracy).
Specyficzność	Wolna od interferencji składnika głównego i widma.

3.3.2 Analiza 3-MCPD

Nie określono zalecanych specjalnych metod ustalania zawartości 3-MCPD. Laboratoria muszą stosować zatwierdzoną metodę, która spełnia kryteria wykonawcze podane w tabeli 4. W miarę możliwości w materiałach używanych w przeprowadzanych we współpracy badaniach próbnych należy uwzględnić certyfikowany materiał referencyjny. Szczególną metodę zatwierdzono na podstawie przeprowadzonej we współpracy próbie, wykazano, że spełnia ona wymogi tabeli 4^c.

(¹) Dz.U. L 272 z 3.10.1990, str. 1.

Tabela 4: Kryteria wykonawcze dotyczące metod analizy 3-MCPD

Kryterium	Zalecana wartość	Stężenie
Ślepe próby	Poniżej granicy wykrywalności	—
Odzysk	75–110 %	Wszystkie
Granica oznaczalności ilościowej	10 (lub mniej) μkg według masy suchej	—
Standardowe odchylenie sygnału z ślepej próby	Poniżej $4\mu\text{kg}$	—
Wewnętrzne szacunki precyzyjności — standardowe odchylenie powtarzanych pomiarów przy różnych stężeniach	< $4\mu\text{kg}$ < $6\mu\text{kg}$ < $7\mu\text{kg}$ < $8\mu\text{kg}$ < $15\mu\text{kg}$	20 μkg 30 μkg 40 μkg 50 μkg 100 μkg

3.4 Szacowanie poprawności analitycznej i obliczanie odzysku

W miarę możliwości poprawność analizy szacuje się poprzez uwzględnienie w serii analiz odpowiednich certyfikowanych materiałów referencyjnych.

Należy uwzględnić „Ujednolicone wytyczne dotyczące wykorzystywania informacji o odzysku w pomiarach analitycznych”^d, opracowane pod auspicjami IUPAC/ISO/AOAC.

Wynik analizy podaje się w postaci skorygowanej lub nieskorygowanej. Należy przedstawić sposób podawania wyników oraz poziom odzysku.

3.5 Normy jakościowe laboratoriów

Laboratoria muszą spełniać warunki dyrektywy 93/99/EWG.

3.6 Sposób prezentowania wyników

Wyniki podaje się w takich samych jednostkach, jak maksymalne poziomy ustanowione w rozporządzeniu (WE) nr 466/2001.

ODNIESIENIA

- ^a Projekt Normy prEN 13804, „Środki spożywcze — oznaczanie pierwiastków śladowych — kryteria wykonania i uwagi ogólne”, CEN, Rue de Stassart 36, B-1050 Bruksela.
- ^b W. Horwitz, „Ocena metod analitycznych do celów uregulowań dotyczących żywności i leków”, Anal. Chem., 1982, nr 54, 67A–76A.
- ^c Metoda analizy służąca oznaczaniu 3-monochloropropan-1,2-diolu w żywności i składnikach żywności z zastosowaniem spektrometrycznego wykrywania masy, która została przedłożona CEN TC 275 i AOAC Międzynarodowej (dostępna również w „Sprawozdaniu zespołu ds. współpracy naukowej, zadanie 3.2.6: Zapewnienie zatwierdzonych metod, które mają wspierać zalecenia Naukowego Komitetu ds. Żywności dotyczące zawartości 3-MCPD w hydrolizowanym białku i innych środkach spożywczych”).
- ^d Ujednolicone wytyczne ISO/AOAC/IUPAC dotyczące wykorzystywania informacji o odzysku w pomiarach analitycznych red. Michael Thompson, Steven L. R. Ellison, Ales Fajgelj, Paul Willets i Roger Wood, Pure Appl. Chem., 1999, nr 71, str. 337–348.