

32001L0022

L 77/14

URADNI LIST EVROPSKIH SKUPNOSTI

16.3.2001

DIREKTIVA KOMISIJE 2001/22/ES
z dne 8. marca 2001
o določitvi postopkov vzorčenja in analiznih metod za uradni nadzor vsebnosti svinca, kadmija, živega srebra in 3-MCPD v živilih
(Besedilo velja za EGP)

KOMISIJA EVROPSKIH SKUPNOSTI JE –

ob upoštevanju Pogodbe o ustanovitvi Evropske skupnosti,

ob upoštevanju Direktive Sveta 85/591/EGS z dne 20. decembra 1985 o uvedbi postopkov Skupnosti za vzorčenje in analizo za spremljanje živil, ki so namenjena prehrani ljudi ⁽¹⁾, in zlasti člena 1 direktive,

ob upoštevanju naslednjega:

(1) Uredba Sveta (EGS) 315/93 z dne 8. februarja 1993 o določitvi postopkov Skupnosti za kontaminante v živilih ⁽²⁾ predpisuje, da je treba zaradi varovanja zdravja ljudi določiti zgornje mejne vrednosti nekaterih kontaminantov v živilih.

(2) Uredba Komisije (ES) 466/2001 z dne 8. marca 2001 o določitvi zgornje mejne vrednosti nekaterih kontaminantov v živilih ⁽³⁾ med drugim določa zgornje mejne vrednosti svinca, kadmija, živega srebra in 3-monokloropropan-1, 2-diola (3-MCPD) v živilih ter postopke vzorčenja in analizne metode, ki jih je pri tem treba uporabljati.

(3) Direktiva Sveta 89/397/EGS z dne 14. junija 1989 o uradnem nadzoru živil ⁽⁴⁾ določa splošna načela za izvajanje tega nadzora. Direktiva Sveta 93/99/EGS z dne 29. oktobra 1993 o dodatnih ukrepih glede uradnega nadzora živil ⁽⁵⁾ uvaja sistem standardov kakovosti za laboratorije, ki jih države članice pooblastijo za ta nadzor.

(4) Vzorčenje je odločilnega pomena pri pridobivanju reprezentativnih rezultatov za določanje vsebnosti kontaminantov, ki so lahko heterogeno razporejeni po pošiljki.

(5) Direktiva 85/591/EGS določa splošna merila za postopke vzorčenja in analizne metode, vendar pa so v nekaterih primerih potrebna zagotovila, da laboratoriji, odgovorni za nadzor, uporabljajo analizne metode s primerljivimi stopnjami zanesljivosti.

(6) Določbe za postopke vzorčenja in analizne metode so bile pripravljene na podlagi sedanjih spoznanj ter jih je mogoče prilagoditi ob upoštevanju napredka znanstvenih in tehnoloških spoznanj.

(7) Ukrepi, predvideni s to direktivo, so v skladu z mnenjem Stalnega odbora za živila –

SPREJELA NASLEDNJO DIREKTIVO:

Člen 1

Države članice sprejmejo vse potrebne ukrepe za zagotovitev, da se vzorčenje za uradni nadzor vsebnosti svinca, kadmija, živega srebra in 3-MCPD v živilih izvaja v skladu z metodami, opisanimi v Prilogi I k tej direktivi.

Člen 2

Države članice sprejmejo vse potrebne ukrepe za zagotovitev, da so priprava vzorcev in analizne metode uradnega nadzora vsebnosti svinca, kadmija, živega srebra in 3-MCPD v živilih v skladu z zahtevami iz Priloge II k tej direktivi.

⁽¹⁾ UL L 372, 31.12.1985, str. 50.

⁽²⁾ UL L 37, 13.2.1993, str. 1.

⁽³⁾ UL L 77, 16.3.2001, str. 1.

⁽⁴⁾ UL L 186, 30.6.1989, str. 23.

⁽⁵⁾ UL L 290, 24.11.1993, str. 14.

Člen 3

Države članice sprejmejo zakone in druge predpise, potrebne za uskladitev s to direktivo, najpozneje do 5. aprila 2003. O tem takoj obvestijo Komisijo.

Države članice se v sprejetih predpisih sklicujejo na to direktivo ali pa sklic nanjo navedejo ob njihovi uradni objavi. Način sklicevanja določijo države članice.

Člen 4

Ta direktiva začne veljati dvajseti dan po objavi v *Uradnem listu Evropskih skupnosti*.

Ta direktiva je naslovljena na države članice.

V Bruslju, 8. marca 2001

Za Komisijo
David BYRNE
Član Komisije

PRILOGA I

POSTOPKI VZORČENJA ZA URADNI NADZOR VSEBNOSTI SVINCA, KADMIJA, ŽIVEGA SREBRA IN 3-MCPD V NEKATERIH ŽIVILIH**1. NAMEN IN PODROČJE UPORABE**

Vzorčenje živil, ki je namenjeno ugotavljanju vsebnosti svinca, kadmija, živega srebra in 3-MCPD, mora potekati v skladu s spodaj opredeljenimi metodami. Tako pridobljeni sestavljeni vzorci veljajo za reprezentativne vzorce pošiljk ali podpošiljk, iz katerih so vzeti. Skladnost z zgornjimi mejnimi vrednostmi svinca, kadmija, živega srebra in 3-MCPD, določenimi z Uredbo (ES) 466/2001, se določa v laboratorijskih vzorcih.

2. OPREDELITVE POJMOV

Pošiljka:	Celotna količina živila, ki je prispela istočasno in za katero uradna oseba ugotovi, da ima enake lastnosti, kakršne so poreklo, sorta, embalažni material, dobavitelj ali oznake. Pri ribah je pomembna tudi primerljiva velikost.
Podpošiljka:	Prepoznavni del večje pošiljke, v katerem se izvaja vzorčenje. Vsaka podpošiljka mora biti fizično ločena od preostalega dela pošiljke in prepoznavna.
Posamezni vzorec:	Najmanjši vzeti del celotne količine serije pošiljke ali podpošiljke.
Sestavljeni vzorec:	Vzorec, sestavljen iz več posameznih vzorcev, vzeti iz pošiljke ali podpošiljke.
Laboratorijski vzorec:	Vzorec, poslan za analizo v laboratorij.

3. SPLOŠNE DOLOČBE**3.1 Osebe**

Vzorčenje izvaja pooblaščen in kvalificirana oseba, kakor jo opredelijo države članice.

3.2 Material za vzorčenje

Vsaka pošiljka, namenjena pregledu, mora biti vzorčena posebej.

3.3 Varnostni ukrepi

Med vzorčenjem in pripravo laboratorijskih vzorcev je treba paziti, da se izogne spremembam, ki bi lahko vplivale na vsebnost svinca, kadmija, živega srebra in 3-MCPD in motile analizo določitev ali bi lahko povzročile nereprezentativnost vzorcev.

3.4 Posamezni vzorci

Če je le mogoče, je treba posamezne vzorce odvzeti na raznih mestih, razporejenih po celotni pošiljki ali podpošiljki. Vsako odstopanje od tega postopka je treba evidentirati na način iz 3.8.

3.5 Priprava sestavljenega vzorca

Sestavljeni vzorec pripravimo tako, da združimo vse posamezne vzorce, odvzete iz pošiljke ali podpošiljke. Tehta naj najmanj 1 kg, razen kadar se vzorci ena sama embalažna enota.

3.6 Nadaljnja razdelitev sestavljenega vzorca na laboratorijske vzorce za izvršbo, prepoved in sodne namene

Laboratorijski vzorci za izvršbo, trženje (prepoved) in sodne namene se vzamejo iz homogeniziranega sestavljenega vzorca, če to ni v nasprotju s predpisi o vzorčenju držav članic. Laboratorijski vzorci za izvršbo morajo biti dovolj veliki, da omogočajo ponovitev analize.

3.7 Shranjevanje in prevoz sestavljenih in laboratorijskih vzorcev

Vsak sestavljeni in laboratorijski vzorec je treba hraniti v čisti inertni posodi, ki omogoča ustrezno zaščito pred kontaminacijo, izgubo analitov z adsorpcijo na notranje stene posode in pred poškodbami pri prevozu. Upoštevati je treba vse previdnostne ukrepe, da se prepreči sprememba sestave sestavljenih in laboratorijskih vzorcev med transportom ali skladiščenjem.

3.8 Zapiranje in označevanje sestavljenih in laboratorijskih vzorcev

Vsak odvzet vzorec za uradno uporabo se zapečati na kraju vzorčenja in označi po predpisih držav članic. O vsakem vzorčenju je treba voditi zapisnik, ki omogoča nedvoumno prepoznavanje vsake pošiljke, navesti datum in kraj odvzema z vsemi dodatnimi informacijami, ki bi bile analitiku lahko v pomoč.

4. NAČRTI VZORČENJA

Vzorčenje se idealno izvaja na točki, kjer živilo vstopa v prehransko verigo in je posamezno pošiljko možno opredeliti. Z uporabljenim postopkom vzorčenja je treba zagotoviti, da je sestavljeni vzorec reprezentativni del preskusne pošiljke.

4.1 Število posameznih vzorcev

Pri tekočih proizvodih, pri katerih se lahko domneva, da je kontaminant v pošiljki homogeno razporejen, zadostuje odvzem enega posameznega vzorca na pošiljko, ki je hkrati sestavljeni vzorec. Zabeleži naj se tudi številka pošiljke. Tekoče proizvode, ki vsebujejo hidrolizirane rastlinske proteine (HRP) ali tekočo sojino omako, je treba pred odvzecom posameznega vzorca dobro pretresti ali drugače ustrezno homogenizirati.

Za druge proizvode je najmanjše število posameznih vzorcev iz ene pošiljke navedeno v tabeli 1. Posamezni vzorci morajo imeti enako težo. Odstopanje od tega postopka je treba zabeležiti v poročilu iz 3.8.

Tabela 1: Najmanjše število posameznih vzorcev na pošiljko:

Masa pošiljke (kg)	Najmanjše število odvzetih posameznih vzorcev
< 50	3
50 do 500	5
> 500	10

Če je pošiljka sestavljena iz posameznih embalažnih enot, je število odvzetih enot za sestavljeni vzorec podano v tabeli 2.

Tabela 2: Število odvzetih enot (posameznih vzorcev) za sestavljeni vzorec, če je pošiljka sestavljena iz posameznih embalažnih enot

Število embalažnih enot ali primerkov v pošiljki	Število embalažnih enot ali primerkov za odvzem
1 do 25	1 embalažna enota ali primerek
26 do 100	Približno 5 %, vsaj 2 embalažni enoti ali primerka
> 100	Približno 5 %, vsaj 10 embalažnih enot ali primerkov

5. SKLADNOST POŠILJKE ALI PODPOŠILJKE S SPECIFIKACIJO

Preskusni laboratorij analizira laboratorijski vzorec z vsaj dvema neodvisnima analizama in izračuna povprečje rezultatov. Pošiljka je sprejemljiva, če je povprečna vrednost v skladu z zgornjo mejno vrednostjo, določeno v Uredbi (ES) 466/2001. Pošiljka se zavrne, če povprečna vrednost presega ustrezno mejno vrednost.

PRILOGA II

PRIPRAVA VZORCA IN ZAHTEVE ZA ANALITSKE METODE, KI SE UPORABLJAJO ZA URADNI NADZOR VSEBNOSTI SVINCA, KADMIJA, ŽIVEGA SREBRA IN 3-MCPD V NEKATERIH ŽIVILIH

1. UVOD

Osnovna zahteva je pridobiti reprezentativni in homogeni laboratorijski vzorec, ne da bi prišlo do sekundarne kontaminacije.

2. SPECIFIČNI POSTOPKI PRIPRAVE VZORCA ZA SVINEC, KADMIJ IN ŽIVO SREBRO

Obstaja več primernih specifičnih postopkov za pripravo vzorcev, ki se lahko uporabljajo za obravnavane proizvode. Postopki, opisani v predlogu standarda CEN „Živila — Kvantitativno določanje elementov v sledi — Izvedbena merila in splošna obravnava“, so primerni ⁽⁸⁾, lahko pa se uporabljajo tudi drugi ustrezni postopki.

Pri vseh uporabljenih postopkih je treba upoštevati naslednje:

- mehkužci, raki in majhne ribe: če se jedo celi, je treba za preskušanje zajeti tudi drobovje,
- vrtnine: preskušajo se le užitni deli, pri čemer je treba upoštevati zahteve Uredbe (ES) 466/2001.

3. ANALIZNA METODA, KI JO UPORABLJA LABORATORIJ, IN ZAHTEVE ZA KONTROLO KAKOVOSTI

3.1 **Opredelitev pojmov**

V nadaljevanju so navedene splošne opredelitve pojmov, ki jih mora laboratorij upoštevati:

- r = ponovljivost, vrednost manjša ali enaka absolutni razliki dveh posameznih rezultatov preskusa, dobljenih pod ponovljivimi pogoji (t. j. isti vzorec, isti analitik, ista aparatura, isti laboratorij in kratek časovni razmik), za katero se lahko pričakuje, da bo znotraj dane verjetnosti (normalna raven zaupanja je 95 %) in zato je $r = 2,8 \times s_r$
- s_r = standardni odmik, izračunan iz rezultatov, dobljenih pri pogojih ponovljivosti.
- RSD_r = relativni standardni odmik, izračunan iz rezultatov, dobljenih pri pogojih ponovljivosti. $[(s_r/\bar{x}) \times 100]$, pri čemer je \bar{x} povprečje rezultatov vseh vzorcev, dobljenih pri pogojih ponovljivosti.
- R = obnovljivost, vrednost manjša ali enaka absolutni razliki dveh posameznih rezultatov preskusa, dobljenih pod pogoji obnovljivosti (npr. identični vzorec, različni izvajalci, različni laboratoriji, z uporabo različne preskusne metode), za katero se lahko pričakuje, da bo znotraj dane/določene verjetnosti (normalna raven zaupanja je 95 %); $R = 2,8 \times s_R$.
- s_R = standardni odmik, izračunan iz rezultatov, dobljenih pri pogojih obnovljivosti.

$RSD_R =$ relativni standardni odmik, izračunan iz rezultatov, dobljenih pri pogojih obnovljivosti $[(s_R/\bar{x}) \times 100]$

$HORRAT_r =$ ugotovljeni RSD_r , deljen z vrednostjo RSD_r , ki je ocenjena s Horowitzveo enačbo, s podmeno, da je $r = 0,66R$.

$HORRAT_R =$ ugotovljena vrednost RSD_R , deljena z vrednostjo RSD_R , izračunano iz Horowitzve enačbe ^(b).

3.2 Splošne zahteve

Analizne metode za nadzor nad živili morajo biti, kjer je le mogoče, v skladu z določbami odstavkov 1 in 2 priloge k Direktivi 85/591/EGS.

Za analizo svinca v vinu Uredba Komisije (EGS) 2676/90 ⁽¹⁾ o določitvi metode Skupnosti za analizo vina v poglavju 35 Priloge določa metodo, ki jo je treba uporabiti.

3.3 Specifične zahteve

3.3.1 Določitev svinca, kadmija in živega srebra

Specifične metode za določitev vsebnosti svinca, kadmija in živega srebra niso predpisane. Laboratoriji naj uporabljajo validirane metode, ki izpolnjujejo zahteve iz tabele 3. Po možnosti naj validacija vključuje certificiran referenčni material, ki se uporablja kot preskusni material v medlaboratorijskih preskušanjih.

Tabela 3: Minimalne zahteve za analizne metode za svinec, kadmij in živo srebro

Parameter	Vrednost/opomba
Uporaba	Živila, navedena v Uredbi (ES)466/2001
Meja zaznavnosti	Ne več kakor desetina vrednosti specifikacije iz Uredbe (ES) 466/2001, razen če je vrednost specifikacije za svinec manj kakor 0,1 mg/kg. Za slednje ne več kakor ena petina vrednosti specifikacije
Meja določanja	Ne več kakor ena petina vrednosti specifikacije iz Uredbe (ES) 466/2001, razen če je vrednost specifikacije za svinec manj kakor 0,1 mg/kg. Za slednje ne več kakor dve petini vrednosti specifikacije
Natančnost	Vrednosti $HORRAT_r$ ali $HORRAT_R$ manj kakor 1,5 v medlaboratorijskih primerjalnih shemah
Izkoristek	80-120 % (kakor je navedeno v medlaboratorijskih primerjalnih shemah)
Specifičnost	Brez matričnih ali spektralnih interferenc

3.3.2 Določitev vsebnosti 3-MCPD

Specifične metode za določitev vsebnosti 3-MCPD niso predpisane. Laboratoriji naj uporabljajo validirane metode, ki izpolnjujejo zahteve iz tabele 4 ^(c). Po možnosti naj validacija vključuje uporabo certificiranih referenčnih materialov, ki se uporabljajo kot preskusni material v medlaboratorijskih preskušanjih.

⁽¹⁾ UL L 272, 3.10.1990, str. 1.

Tabela 4: Zahteve za metodo določitve vsebnosti 3-MCPD

Parameter	Priporočena vrednost	Koncentracija
Terenski slepi vzorec	Manj kakor meja zaznavnosti	—
Izkoristek	75-110 %	Vse
Meja določljivosti	10 (ali manj) µg/kg izraženo na suho snov	—
Standardni odmik signala za terenski slepi vzorec	Manj kakor 4 µg/kg	—
Hišne ocene natančnosti — standardni odmik ponovljenih meritev pri različnih koncentracijah	< 4 µg/kg	20 µg/kg
	< 6 µg/kg	30 µg/kg
	< 7 µg/kg	40 µg/kg
	< 8 µg/kg	50 µg/kg
	< 15 µg/kg	100 µg/kg

3.4 Ocena pravilnosti rezultata in izračun izkoristka

Kjer je mogoče, se pravilnost rezultata oceni z uporabo ustreznih certificiranih referenčnih materialov.

Upoštevajo naj se priporočila „Harmonizirane smernice za uporabo podatkov izkoristka pri analiznih meritvah“^(d), ki jih je pripravil IUPAC/ISO/AOAC.

Pri izražanju rezultata je treba navesti, ali je pri izračunu upoštevan izkoristek ali ne.

3.5 Standardi kakovosti za laboratorije

Laboratoriji morajo biti v skladu z Direktivo 93/99/EGS.

3.6 Izražanje rezultatov

Rezultati se izražajo v enakih enotah kakor zgornje mejne vrednosti, določene v Uredbi (ES) 466/2001.

REFERENCE

- ^(a) Draft Standard prEN 13804, „Foodstuffs — Determination of Trace Elements — Performance Criteria and General Considerations“, CEN, Rue de Stassart 36, B-1050 Brussels.
- ^(b) W Horwitz, „Evaluation of Analytical Methods for Regulation of Foods and Drugs“, Anal. Chem., 1982, No 54, 67A-76A.
- ^(c) Method of Analysis to determine 3-Monochloropropane-1, 2-Diol in Food and Food Ingredients using Mass Spectrometric Detection, submitted to CEN TC 275 and AOAC International (also available as „Report of the Scientific Cooperation task 3.2.6: Provision of validated methods to support the Scientific Committee on Food's recommendations regarding 3-MCPD in hydrolysed protein and other foods“).
- ^(d) ISO/AOAC/IUPAC Harmonised Guidelines for the Use of Recovery Information in Analytical Measurement. Edited Michael Thompson, Steven L R Ellison, Ales Fajgelj, Paul Willetts and Roger Wood, Pure Appl. Chem., 1999, No 71, 337-348