

32001L0022

16.3.2001

JURNALUL OFICIAL AL COMUNITĂȚILOR EUROPENE

L 77/14

**DIRECTIVA 2001/22/CE A COMISIEI****din 8 martie 2001****de stabilire a metodelor de prelevare a probelor și a metodelor de analiză pentru controlul oficial al conținutului de plumb, cadmiu, mercur și 3-MCPD din produsele alimentare****(Text cu relevanță pentru SEE)**

COMISIA COMUNITĂȚILOR EUROPENE,

laboratoarele însărcinate de statele membre cu controlul oficial al produselor alimentare.

având în vedere Tratatul de instituire a Comunității Europene,

având în vedere Directiva 85/591/CEE a Consiliului din 20 decembrie 1985 privind introducerea metodelor de prelevare a eșantioanelor și a metodelor de analiză comunitare pentru controlul produselor alimentare destinate consumului uman <sup>(1)</sup>, în special articolul 1,

întrucât:

(1) Regulamentul (CEE) nr. 315/93 al Consiliului din 8 februarie 1993 de stabilire a procedurilor comunitare privind contaminanții din produsele alimentare <sup>(2)</sup> prevede că, pentru a se proteja sănătatea publică, trebuie stabilit conținutul maxim pentru anumite substanțe contaminante din produsele alimentare.

(2) Regulamentul (CE) nr. 466/2001 al Comisiei din 8 martie 2001 de stabilire a conținutului maxim pentru anumiți contaminanți din produsele alimentare <sup>(3)</sup> stabilește, printre altele, conținutul maxim pentru plumb, cadmiu, mercur și 3-monoclorpropan-1,2-diol (3-MPCD) din produsele alimentare și face trimiteri la măsurile de stabilire a metodelor de prelevare a probelor și de analiză care trebuie folosite.

(3) Directiva 89/397/CEE a Consiliului din 14 iunie 1989 privind controlul oficial al produselor alimentare <sup>(4)</sup> stabilește principiile generale pentru efectuarea controlului produselor alimentare, Directiva 93/99/CEE a Consiliului din 29 octombrie 1993 privind măsuri suplimentare cu privire la controlul oficial al produselor alimentare <sup>(5)</sup> introduce un sistem de standarde calitative pentru

(4) Prelevarea probelor joacă un rol crucial în obținerea unor rezultate reprezentative pentru determinarea conținutului de substanțe contaminante care pot fi distribuite în mod eterogen într-un lot.

(5) Directiva 85/591/CEE a stabilit criteriile generale pentru metodele de prelevare a probelor și pentru metodele de analiză, dar în anumite cazuri devin necesare mai multe criterii speciale pentru a se asigura că laboratoarele însărcinate cu controlul folosesc metode de analiză cu niveluri comparabile de performanță.

(6) Dispozițiile privind prelevarea probelor și metodele de analiză au fost redactate pe baza cunoștințelor actuale și pot fi adaptate pentru a ține seama de progresele în domeniul științific și tehnologic.

(7) Măsurile prevăzute de prezenta directivă sunt în conformitate cu avizul Comitetului permanent pentru produse alimentare,

ADOPTĂ PREZENTA DIRECTIVĂ:

*Articolul 1*

Statele membre adoptă toate măsurile necesare pentru a se asigura că prelevarea probelor pentru controlul oficial al conținutului de plumb, cadmiu, mercur și 3-MPCD din produsele alimentare este dusă la îndeplinire în conformitate cu metodele prevăzute la anexa I la prezenta directivă.

*Articolul 2*

Statele membre adoptă toate măsurile necesare pentru a se asigura că prepararea probelor și metodele de analiză folosite pentru controlul oficial al conținutului de plumb, cadmiu, mercur și 3-MPCD din produsele alimentare sunt în conformitate cu criteriile prevăzute la anexa II la prezenta directivă.

<sup>(1)</sup> JO L 372, 31.12.1985, p. 50.

<sup>(2)</sup> JO L 37, 13.02.1993, p. 1.

<sup>(3)</sup> JO L 77, 16.3.2001, p. 1.

<sup>(4)</sup> JO L 186, 30.06.1989, p. 23.

<sup>(5)</sup> JO L 290, 24.11.1993, p. 14.

*Articolul 3*

Statele membre pun în actele cu putere de lege sau actele administrative necesare pentru a se conforma prezentei directive până la 5 aprilie 2003. Statele membre informează de îndată Comisia cu privire la aceasta.

Atunci când statele membre adoptă aceste acte, acestea cuprind o trimitere la prezenta directivă sau sunt însoțite de o asemenea trimitere la data publicării lor oficiale. Statele membre stabilesc modalitatea de efectuare a acestei trimiteri.

*Articolul 4*

Prezenta directivă intră în vigoare în a douăzecea zi de la data publicării în *Jurnalul Oficial al Comunităților Europene*.

Prezenta directivă se adresează statelor membre.

Adoptată la Bruxelles, 8 martie 2001.

*Pentru Comisie*

David BYRNE

*Membru al Comisiei*

## ANEXA I

**METODE DE PRELEVARE A PROBELOR PENTRU CONTROLUL OFICIAL AL CONȚINUTULUI DE PLUMB, CADMIU, MERCUR ȘI 3-MCPD DIN ANUMITE PRODUSE ALIMENTARE****1. OBIECTUL ȘI DOMENIUL DE APLICARE**

Probele destinate controlului oficial al conținutului de plumb, cadmiu, mercur și 3-MCPD din produsele alimentare trebuie luate în conformitate cu metodele descrise mai jos. Probele globale astfel obținute sunt considerate ca reprezentative pentru loturile sau subploturile din care au fost prelevate. Conformitatea cu conținutul maxim prevăzut de Regulamentul (CE) nr. 466/2001 trebuie să fie stabilită pe baza conținutului determinat în probele de laborator.

**2. DEFINIȚII**

Lot:	cantitate identificabilă de produs alimentar livrată o singură dată și pentru care oficialitățile stabilesc că prezintă caracteristici comune, cum ar fi originea, varietatea, tipul de ambalare, expeditorul sau marcajul. În cazul peștelui, și dimensiunea peștelui trebuie să fie comparabilă.
Sublot:	parte dintr-un lot mare desemnată pentru aplicarea metodei de prelevare a probelor. Fiecare subplot trebuie să fie separat fizic și identificabil.
Probă elementară:	cantitate de material luată dintr-un singur loc din lot sau subplot.
Probă globală:	totalul combinat al tuturor probelor elementare prelevate din lot sau subplot.
Probă de laborator:	probă destinată laboratorului.

**3. DISPOZIȚII GENERALE****3.1. Personal**

Probele trebuie prelevate de personal calificat autorizat conform prevederilor statelor membre.

**3.2. Materialul pentru eșantionare**

Fiecare lot de examinat trebuie eșantionat separat.

**3.3. Măsuri de siguranță**

În cursul prelevării și al preparării probelor de laborator trebuie luate măsuri de siguranță pentru a se evita orice alterare care ar afecta conținutul de plumb, cadmiu, mercur sau 3-MPCD sau care ar afecta determinările analitice sau reprezentativitatea probelor globale.

**3.4. Probele elementare**

În măsura posibilului, probele elementare trebuie prelevate din diferite locuri din lot sau subplot. Abaterile de la această procedură trebuie înregistrate în procesul-verbal prevăzut la punctul 3.8.

### 3.5. Pregătirea probelor globale

Probele globale sunt compuse prin asamblarea tuturor probelor elementare. Trebuie să cântărească cel puțin 1 kg, în afară de cazul când aceasta nu este posibil, de exemplu, când a fost eșantionat un singur ambalaj.

### 3.6. Subdiviziunile probelor globale în probele de laborator folosite în scopuri de control, de recurs și de arbitraj

Probele de laborator folosite în scopuri de control, de recurs și de arbitraj trebuie prelevate din proba globală omogenizată, dacă nu cumva intră în conflict cu regulamentul de eșantionare din statul membru respectiv. Mărirea probelor de laborator pentru control trebuie să fie suficientă pentru a permite cel puțin două analize.

### 3.7. Ambalarea și transportul probelor globale și de laborator

Fiecare probă globală și de laborator trebuie introdusă într-un container curat, neutru care să ofere o protecție adecvată împotriva contaminării, a pierderii compușilor prin absorbție de către pereții interni ai containerului și împotriva degradării prin transport. Trebuie luate toate precauțiile necesare pentru a se evita schimbarea compoziției probei globale și de laborator care pot apărea în timpul transportului sau al depozitării.

### 3.8. Sigilarea și etichetarea probelor globale și de laborator

Fiecare probă luată în scopul folosirii oficiale trebuie sigilată la locul probării și identificată conform reglementărilor din statele membre. Trebuie întocmit un proces-verbal pentru fiecare probă, pentru a permite identificarea fără echivoc a fiecărui lot și indicând data și locul prelevării probei împreună cu toate informațiile suplimentare care ar putea fi de ajutor celui care o analizează.

## 4. PLANUL DE EȘANTIONARE

În mod ideal, prelevarea trebuie să aibă loc în momentul în care produsul intră în lanțul alimentară și în care un lot distinct devine identificabil. Metoda de prelevare aplicată trebuie să asigure că eșantionul global este reprezentativ pentru lotul care urmează să fie controlat.

### 4.1. Numărul probelor elementare

În cazul produselor lichide, în care se presupune că există o distribuție omogenă a contaminantului într-un lot dat, este suficient să se preleveze o probă elementară per lot, care formează proba globală. Trebuie să se menționeze numărul lotului. Produsele lichide care conțin proteine vegetale hidrolizate (HVP) sau sos lichid de soia trebuie bine agitate sau omogenizate prin alte metode corespunzătoare, înaintea prelevării probei elementare.

Pentru celelalte produse, numărul minim de probe elementare de prelevat din lot trebuie să fie cel prezentat în tabelul 1. Probele elementare trebuie să aibă aceeași greutate. Abaterea de la această procedură trebuie înregistrată în procesul-verbal prevăzut la punctul 3.8.

Tabelul 1: Numărul minim de probe elementare de prelevat din lot

Greutatea lotului (kg)	Numărul minim de probe elementare de prelevat
< 50	3
50 la 500	5
> 500	10

Dacă lotul este format din pachete individuale, numărul pachetelor care trebuie luat pentru a forma proba globală este menționat la tabelul 2.

Tabelul 2: Numărul de pachete (probe elementare) care trebuie prelevate pentru a forma proba globală dacă lotul constă din pachete individuale

Numărul de pachete sau de unități din lot	Numărul minim de pachete sau de unități de prelevat
1 la 25	1 pachet sau unitate
26 la 100	Aproximativ 5 %, cel puțin 2 pachete sau unități
> 100	Aproximativ 5 %, cel mult 10 pachete sau unități

5. CONFORMITATEA LOTULUI SAU SUBLOTULUI CU CERINȚELE

Laboratorul de control trebuie să efectueze cel puțin două analize independente ale probelor de laborator și să calculeze media rezultatelor. Lotul este acceptat dacă media se conformează cu conținutul maxim prevăzut de Regulamentul (CE) nr. 466/2001. Acesta este respins în cazul în care media depășește conținutul maxim respectiv.

## ANEXA II

**PREPARAREA PROBELOR ȘI CRITERII PENTRU METODELE DE ANALIZĂ FOLOSITE ÎN CONTROLUL OFICIAL AL CONȚINUTULUI DE PLUMB, CADMIU, MERCUR ȘI 3-MCPD DIN ANUMITE PRODUSE ALIMENTARE**

## 1. INTRODUCERE

Cerința fundamentală este de a obține o probă de laborator reprezentativă și omogenă fără a induce o contaminare secundară.

## 2. PROCEDEE SPECIALE DE PREGĂTIRE A PROBELOR PENTRU PLUMB, CADMIU ȘI MERCUR

Există multe metode speciale de pregătire a probelor satisfăcătoare care pot fi folosite pentru produsele luate în considerare. Cele descrise în proiectul de standarde CEN „Produse alimentare – determinarea urmelor de elemente – criterii de performanță și considerații generale” au fost găsite satisfăcătoare <sup>(a)</sup>, dar și altele pot fi la fel de satisfăcătoare.

Următoarele puncte trebuie luate în considerare pentru orice procedură folosită:

- moluștele bivalve, crustaceele și peștii mici: dacă acestea sunt de obicei consumate în întregime, visceralele trebuie incluse în materialul de analizat,
- legumele: se testează numai partea comestibilă, ținându-se seama de cerințele din Regulamentul (CE) nr. 466/2001.

## 3. METODE DE ANALIZĂ FOLOSITE DE LABORATOARE ȘI CERINȚE DE CONTROL

## 3.1. Definiții

Câteva dintre cele mai frecvente definiții pe care trebuie să le folosească laboratoarele sunt următoarele:

$r$  = repetabilitate, valoarea sub care diferența absolută dintre rezultatele a două teste unice obținute în condiții de repetabilitate (de exemplu, aceeași probă, același operator, același aparat, același laborator și intervale scurte de timp) este de așteptat să se mențină în limitele unei probabilități specifice (de obicei 95 %) și, de aici,  $r = 2,8 \times s_r$ .

$s_r$  = deviația standard, calculată în urma rezultatelor generate în condiții de repetabilitate.

$RSD_r$  = deviația standard relativă, calculată în urma rezultatelor generate în condiții de repetabilitate  $[(s_r/\bar{x}) \times 100]$ , unde  $\bar{x}$  este media rezultatelor pe toate laboratoarele și probele.

$R$  = reproductibilitatea, valoarea sub care diferența absolută dintre rezultatele unui singur test obținut în condiții de reproductibilitate (de exemplu, asupra materialelor identice obținute de operatori în laboratoare diferite, folosind metoda de test standard), este de așteptat să se mențină în limitele unei anumite probabilități (de obicei 95 %);  $R = 2,8 \times s_R$ .

$s_R$  = deviația standard, calculată în urma rezultatelor în condiții de reproductibilitate.

$RSD_R =$  deviația relativă standard calculată în urma rezultatelor generate în condiții de reproductibilitate  $[(s_R/\bar{x}) \times 100]$

$HORRAT_r =$   $RSD_r$  observat împărțit la valoarea  $RSD_r$  estimată din ecuația lui Horwitz, presupunând că  $r = 0,66R$ .

$HORRAT_R =$  valoarea observată a  $RSD_R$  împărțită la valoarea  $RSD_r$  calculată din ecuația lui Horwitz (b).

### 3.2. Cerințe generale

Metodele de analiză folosite în scopul controlului alimentelor trebuie să se conformeze ori de câte ori este posibil cu prevederile de la punctele 1 și 2 din anexa la Directiva 85/591/CEE.

Pentru analiza prezenței plumbului în vin, Regulamentul (CEE) nr. 2676/90 al Comisiei (1) de stabilire a metodelor de analiză comunitare aplicabile în sectorul vinului prevede metoda de urmat în capitolul 35 din anexă.

### 3.3. Cerințe specifice

#### 3.3.1. Analizele de plumb, cadmiu și mercur

Nu se prescriu metode specifice pentru determinarea conținuturilor de plumb, cadmiu și mercur. Laboratoarele trebuie să utilizeze metode validate care îndeplinesc criteriile de performanță indicate în tabelul 3. Dacă este posibil, validarea trebuie să includă, în materialele testului de încercare colectiv, un material de referință certificat.

Tabelul 3: Criterii de performanță ale metodelor de analiză pentru plumb, cadmiu și mercur

Parametru	Valoare/comentariu
Aplicabilitate	Alimente menționate în Regulamentul (CE) nr. 466/2001
Limită de detecție	Nu mai mult de o zecime din valoarea menționată în Regulamentul (CE) nr. 466/2001, în afară de cazul în care valoarea specificației pentru plumb este mai mică de 0,1 mg/kg. Pentru ultima, nu mai mult de o cincime din valoarea specificației
Limită de cuantificare	Nu mai mult de o cincime din valoarea specificației din Regulamentul (CE) nr. 466/2001, în afară de cazul în care valoarea specificației pentru plumb este mai mică de 0,1 mg/kg. Pentru ultima, nu mai mult de două cincimi din valoarea specificației
Precizie	Valorile $HORRAT_r$ sau $HORRAT_R$ mai mici de 1,5 în încercarea colectivă de validare
Recuperare	80-120 % (așa cum se indică în încercarea colectivă)
Specificitate	Nu conține interferențe spectrale sau matriciale

#### 3.3.2. Analiza 3-MCPD

Nu se prevăd metode specifice pentru determinarea conținuturilor de 3-MCPD. Laboratoarele trebuie să folosească metoda validată care îndeplinește criteriile de performanță indicate în tabelul 4. Dacă este posibil, validarea trebuie să includă, în materialele testului de încercare colectivă, un material de referință certificat. A fost validată o metodă specifică pentru testul de încercare colectivă și s-a dovedit că îndeplinește cerințele menționate în tabelul 4 (6).

(1) JO L 272, 03.10.1990, p. 1.

Tabelul 4: Criterii de performanță ale metodei de analiză pentru 3-MCPD

Criteriul	Valoarea recomandată	Concentrație
Probă martor	Sub limita de detecție	—
Recuperare	75-110 %	Tot
Limită de cuantificare	10 (sau mai puțin) µg/kg de substanță uscată	—
Deviația standard a semnalului probelor martor	mai puțin de 4 µg/kg	—
Precizia interioară estimată – deviația standard a măsurătorilor repetate la diferite concentrații	< 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. Estimarea exactității analitice și a calculelor de recuperare

Ori de câte ori este posibil, exactitatea analizelor trebuie estimată prin includerea unor materiale certificate de referință în procesul analitic.

Trebuie să se țină seama de „*Harmonised Guidelines for the Use of Recovery Information in Analytical Measurements*”<sup>(d)</sup> dezvoltată sub auspiciile IUPAC/ISO/AOAC.

Rezultatul analitic trebuie raportat corectat sau necorectat. Maniera de raportare și nivelul de recuperare trebuie raportat.

#### 3.5. Standarde calitative de laborator

Laboratoarele trebuie să se conformeze Directivei 93/99/CEE.

#### 3.6. Exprimarea rezultatelor

Rezultatele trebuie exprimate în aceleași unități precum conținutul maxim prevăzut de Regulamentul (CE) nr. 466/2001.

#### BIBLIOGRAFIE

- <sup>(a)</sup> Proiect de normă prEN 1 3804, „Produse alimentare – determinarea urmelor de elemente – criterii de performanță și considerații generale”, CEN, Rue de Stassart 36, B-1050 Bruxelles.
- <sup>(b)</sup> W Horovitz, „*Evaluation of Analytical Methods for regulation of Food and Drugs*” Anal. Chem., 1982, nr. 54 67A-76A.
- <sup>(c)</sup> *Methods of Analysis to determine 3-Monochloropropane-1,2-Diol in Food and Food Ingredients using Mass Spectrometric Detection*, prezentat CEN TC 275 și AOAC International (valabil și ca „Report to the Scientific Cooperation Task 3.2.6: Provisions of validated methods to support the Scientific Committee on Food’s recommendations regarding 3-MCPD in hydrolysed protein and other foods”).
- <sup>(d)</sup> ISO/AOAC/UPAC, *Harmonised Guidelines for the Use of Recovery Information in Analytical Measurements*. Edited Michael Thompson, Steven L R Ellison, Ales Fajgelj, Paul Willetts and Roger Wood, Pure Appl. Chem., 1999, nr. 71, 337-348.