

32005L0010

L 34/15

ОФИЦИАЛЕН ВЕСТНИК НА ЕВРОПЕЙСКИЯ СЪЮЗ

8.2.2005

**ДИРЕКТИВА 2005/10/ЕО НА КОМИСИЯТА**  
**от 4 февруари 2005 година**  
**за определяне на методи за вземане на проби и методи за анализ за официалния контрол върху нивата**  
**на бензо(а)пирен в храните**  
**(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. за въвеждане на методи на Общността за вземане на проби и анализ за контрола на храните, предназначени за консумация от човека <sup>(1)</sup>, и по-специално член 1 от нея,

като има предвид, че:

- (1) Регламент (ЕО) № 466/2001 на Комисията от 8 март 2001 г. за определяне на максимално съдържание на някои замърсители в храните <sup>(2)</sup> установява максимално допустимите нива на бензо(а)пирен и прави позоваване на мерките, определящи методите за вземане на проби и анализ, които следва да се използват.
- (2) Директива 93/99/ЕИО на Съвета от 29 октомври 1993 г. относно допълнителните мерки, свързани с официалния контрол върху храните <sup>(3)</sup>, въвежда система от стандарти за качество за лабораториите, натоварени от държавите-членки с официалния контрол на храните.
- (3) Изглежда необходимо да се определят общи критерии, с които да се съобразяват методите за анализ, с цел да се гарантира, че лабораториите, отговорни за контрола, използват методи за анализ със сравними нива на действие. От основно значение е също резултатите от анализа да се отчитат и тълкуват по еднообразен начин с оглед осигуряване на хармонизиран подход за целите на официалния контрол. Тези правила за тълкуване се прилагат за резултати от анализ, получени от пробата за официален контрол. В случай на анализ за защитни или арбитражни цели се прилагат националните правила.
- (4) 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 мерки, необходими, за да гарантират, че вземането на проби за официален контрол на нивата за бензо(а)пирен в храните се извършва в съответствие с методите, описани в приложение I към настоящата директива.

*Член 2*

Държавите-членки предприемат всички мерки, необходими, за да гарантират, че подготовката на пробите и методите за анализ за целите на официалния контрол върху нивата на бензо(а)пирен в храните съответстват на критериите, описани в приложение II към настоящата директива.

*Член 3*

Държавите-членки въвеждат в сила законовите, подзаконовите и административните разпоредби, необходими, за да се съобразят с настоящата директива в срок от 12 месеца след публикуването ѝ. Те незабавно съобщават на Комисията текста на тези разпоредби и таблицата на съответствието между тези разпоредби и настоящата директива.

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 след публикуването ѝ в *Официален вестник на Европейския съюз*.

Адресати на настоящата директива са държавите-членки.

Съставено в Брюксел на 4 февруари 2005 година.

*За Комисията*

Markos KYPRIANOU

*Член на Комисията*

<sup>(1)</sup> ОВ L 372, 31.12.1985 г., стр. 50. Директива, изменена с Регламент (ЕО) № 1882/2003 на Европейския парламент и на Съвета (ОВ L 284, 31.10.2003 г., стр. 1).

<sup>(2)</sup> ОВ L 77, 16.3.2001 г., стр. 1. Регламент, последно изменен с Регламент (ЕО) № 208/2005 (ОВ L 34, 8.2.2005 г., стр. 3).

<sup>(3)</sup> ОВ L 290, 24.11.1993 г., стр. 14. Директива, изменена с Регламент (ЕО) № 1882/2003.

## ПРИЛОЖЕНИЕ I

**МЕТОДИ ЗА ВЗЕМАНЕ НА ПРОБИ ЗА ОФИЦИАЛЕН КОНТРОЛ ВЪРХУ НИВАТА НА БЕНЗО(А)ПИРЕН В ХРАНИТЕ****1. Цел и обхват**

Пробите, предназначени за официални проверки на нивата на бензо(а)пирен в храните, се вземат съгласно методите, описани по-долу. Сборните проби, получени по такъв начин, се считат за представителни за партидите. Съответствието с максимално допустимите нива, определени в Регламент (ЕО) № 466/2001, се установява въз основа на нивата, определени в лабораторните проби.

**2. Определения**

„Партида“: разпознаваемо количество хранителни стоки, доставени по едно и също време и определени от официално лице като стоки с общи характеристики, като например, произход, разновидност, тип на опаковката, производител, изпращач или маркировки.

„Подпартида“: е точно определено количество от партида с цел прилагане на метода за вземане на проби от това определено количество; всяка подпартида трябва да бъде физически разделима и разпознаваема.

„Единична проба“: количество материал, взет от едно място в партидата или подпартидата.

„Обща проба“: комбинираното общо количество от всички единични проби, взети от партидата или подпартидата.

„Лабораторна проба“: проба, предназначена за лабораторията.

**3. Общи разпоредби****3.1. Персонал**

Вземането на проби се извършва от оторизирано лице, определено от държавите-членки.

**3.2. Материал, който ще служи за проба**

От всяка партида, която ще се изследва, се взема проба поотделно.

**3.3. Предпазни мерки, които следва да се вземат**

По време на вземането на проби и подготовката на пробите се предприемат необходимите предпазни мерки за избягване на всякакви промени, които биха повлияли върху съдържанието на бензо(а)пирен, биха въздействали неблагоприятно върху аналитичното определяне или биха направили общите проби непредставителни.

**3.4. Единични проби**

По възможност единичните проби трябва да се вземат от различни места, разпределени равномерно по цялата партида или подпартида. Отклонението от тази процедура трябва да се запише в протокола.

**3.5. Подготовка на общата проба**

Общата проба се прави, като се обединят всички единични проби. Тази обща проба се хомогенизира в лабораторията, освен ако това е несъвместимо с изпълнението на точка 3.6.

**3.6. Двойни лабораторни проби**

Двойни лабораторни проби за целите на официалния контрол за търговски (защитни) и арбитражни цели се вземат от хомогенизираната обща проба, освен ако това не противоречи на правилата за вземане на проби в държавите-членки.

**3.7. Пакетиране и предаване на проби**

Всяка проба се поставя в чист контейнер от инертен материал, който предлага достатъчна защита срещу замърсяване и повреда при транзит. Предприемат се всички необходими предпазни мерки, за да се избегне промяна в състава на пробата, каквато би могла да възникне при транспорт или съхранение.

**3.8. Запечатване и етикетирание на проби**

Всяка проба, взета за официална употреба, се запечатва в мястото на вземането ѝ и се обозначава съгласно правилата на държавата-членка.

Съхранява се протокол за всяко вземане на проби, което позволява всяка партида да бъде определена еднозначно и показва датата и мястото на вземане на проби, заедно с всякаква допълнителна информация, която би била от помощ за аналитика.

#### 4. Планове за вземане на проби

Прилаганият метод за вземане на проби гарантира, че общата проба е представителна за партидата, която се контролира.

##### 4.1. Брой единични проби

В случая на масла, за които се приема, че е извършена хомогенна дистрибуция на бензо(а)пирена при дадена партида, е достатъчно да се вземат три единични проби от всяка партида, за да се получи общата проба. Дава се указание за номера на партидата. За маслиново масло и масло от кюспе на маслини е дадена по-нататъшна информация в Регламент (ЕО) № 1989/2003 на Комисията <sup>(1)</sup>.

За другите продукти минималният брой единични проби, които се вземат от партида, е даден в таблица 1. Единичните проби са с аналогично тегло, не по-малко от 100 g всяка, което води до обща проба, не по-малка от 300 g (виж точка 3.5).

ТАБЛИЦА 1

#### Минимален брой единични проби, които следва да се вземат от партида

Тегло на партидата (в кг)	Минимален брой единични проби, които следва да се вземат
< 50	3
от 50 до 500	5
> 500	10

Ако партидата се състои от индивидуални опаковки, броят на опаковките, които трябва да се вземат, за да се направи общата проба, е даден в таблица 2.

ТАБЛИЦА 2

#### Брой опаковки (единични проби), които трябва да се вземат, за да се направи общата проба, ако партидата се състои от индивидуални опаковки

Брой опаковки или единици в партидата или подпартидата	Брой опаковки или единици, които трябва да се вземат
от 1 до 25	1 опаковка или единица
от 26 до 100	Около 5 %, поне 2 опаковки или единици
> 100	Около 5 %, максимум 10 опаковки или единици

##### 4.2. Вземане на проби в етапа на продажбата на дребно

Вземането на проби от храни в етапа на продажбата на дребно трябва да се прави, когато това е възможно, в съответствие с горепосочените разпоредби за вземане на проби. Когато това не е възможно, могат да се използват други ефективни процедури за вземане на проби в етапа на продажбата на дребно, при условие че те осигуряват достатъчна представителност за партидата, от която се вземат.

#### 5. Съответствие на партидата или подпартидата със спецификацията

Контролната лаборатория анализира лабораторната мостра за целите на официалния контрол, като прави и втори анализ в случаите, когато полученият резултат от първия анализ е с 20 % под или над максимално допустимите нива, и в тези случаи се изчислява средната стойност на резултатите.

Партидата се приема, ако резултатът от първия анализ, или когато е бил необходим втори анализ, средната стойност не превишава съответната норма (определена в Регламент (ЕО) № 466/2001), като се отчитат неопределеността на измерването и корекцията за аналитичен добив.

Партидата не съответства на максималното ниво (определено в Регламент (ЕО) № 466/2001), ако резултатът от първия анализ, или когато е бил необходим втори анализ, средната стойност превишава максималното ниво извън разумното съмнение, като се отчитат неопределеността на измерването и корекцията за аналитичен добив.

<sup>(1)</sup> ОВ L 295, 13.11.2003 г., стр. 57.

## ПРИЛОЖЕНИЕ II

**ПОДГОТОВКА НА ПРОБАТА И КРИТЕРИИ ЗА МЕТОДИ ЗА АНАЛИЗ, ИЗПОЛЗВАНИ ПРИ ОФИЦИАЛНАТА ПРОВЕРКА НА НИВАТА НА БЕНЗО(А)ПИРЕН В ХРАНИТЕ****1. Предпазни мерки и общи съображения за бензо(а)пирен в проби от храни**

Основното изискване е да се получи представителна и хомогенна лабораторна мостра без въвеждане на второстепенно замърсяване.

Аналитикът трябва да осигури тези проби да не се замърсяват по време на подготовката им. Контейнерите за тях трябва да се изплакнат с ацетон или хексан (р.А., технически HPLC или еквивалент) с висока чистота преди употребата им, за да се намали до минимум рискът от замърсяване. По възможност апаратурата, която влиза в контакт с пробата, трябва да е направена от инертни материали, като алуминий, стъкло или полирана неръждаема стомана. Трябва да се избягват пластмаси, като например, полипропилен, PTFE и т.н., тъй като пробата за анализ може да абсорбира тези материали.

Целият материал за проби, получен от лабораторията, трябва да се използва за подготовката на материала за изпитване. Само много добре хомогенизираните проби дават възпроизводими резултати.

Съществуват много добри процедури за подготовка на пробите, които може да се използват.

**2. Обработка на пробата, приета в лабораторията**

Сметете фино (когато е уместно) и много добре размесете общата проба с помощта на процес, при който е доказано, че се постига пълна хомогенизация.

**3. Подразделяне на проби за целите на официалния контрол и за защитни цели**

Точни копия проби за целите на официалния контрол, за търговски (защитни) и арбитражни цели се вземат от хомогенизирания материал, ако това не противоречи на правилата за вземане на проби на държавите-членки.

**4. Метод на анализ, който трябва да се използва от лабораторията и изисквания за лабораторен контрол****4.1. Определения**

Част от най-често използваните определения, необходими за лабораторията, са дадени по-долу:

$r =$  Повторяемост, стойността, под която с определена вероятност (обикновено 95 %) може да се очаква, че попада абсолютната разлика между два единични резултата от изпитвания при повторяеми условия (т.е. същата проба, същия оператор, същата апаратура, в рамките на кратки периоди от време), и следователно  $r = 2.8 \times s_r$ .

$s_r =$  стандартно отклонение, изчислено от резултатите, получени при повторяеми условия.

$RSD_r =$  относително стандартно отклонение, изчислено от резултатите, получени при повторяеми условия  $[s_r/\bar{x} \times 100]$

$R =$  Възпроизводимост, стойността, под която с определена вероятност (обикновено 95 %) може да се очаква, че попада абсолютната разлика между два единични резултата от изпитването на проби при възпроизводими условия (т.е. идентичен материал, получен от оператори в различни лаборатории, използващи стандартизирания метод за изпитване);  $R = 2.8 \times s_R$

$s_R =$  стандартно отклонение, изчислено от резултатите, получени при възпроизводими условия.

$RSD_R =$  относително стандартно отклонение, изчислено от резултатите, получени при възпроизводими условия,  $[s_R/\bar{x} \times 100]$ , където  $\bar{x}$  е средният резултат от всички лаборатории и проби.

$HORRAT_r =$  наблюдаваната  $RSD_r$ , разделена на стойността на  $RSD_r$ , получена от уравнението на Хорвиц (1), като се приема, че  $r = 0.66R$ .

$HORRAT_R =$  наблюдаваната  $RSD_R$  стойност, разделена на стойността на  $RSD_R$ , изчислена от уравнението на Хорвиц.

$U =$  разширената неопределеност, като се използва коефициент на покритие 2, който дава степен на доверие приблизително 95 %.

4.2. *Общи изисквания*

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

4.3. *Специфични изисквания*

Когато няма специфични методи за определяне на бензо(а)пирена в храните, определени на общностно равнище, лабораториите могат да изберат който и да е валидиран метод, при условие че избраният метод отговаря на критериите за действие, посочени в таблицата. Валидирането в идеалния случай включва удостоверен референтен материал.

ТАБЛИЦА

**Критерии за действие за методи за анализ на бензо(а)пирен**

Параметър	Стойност/коментар
Приложимост	Храните, посочени в Регламент (ЕО) № .../2005
Граница на откриване	Не повече от 0,3 µg/kg
Граница на количествено определяне	Не повече от 0,9 µg/kg
Прецизност	Стойности на HORRAT <sub>r</sub> или HORRAT <sub>R</sub> , по-малки от 1.5 в изпитанието за съвместно узаконяване
Аналитичен добив	50 % — 120 %
Специфичност	Свободен от матрични или спектрални намеси, проверка на положително откриване

4.3.1. *Критерии на действието — подход чрез функция на неопределеност*

За да се определи пригодността на метода за анализ, лабораторията може също така да използва подход на неопределеност. Лабораторията може да използва метод, който да даде резултати в рамките на максимален стандарт неопределеност. Максималната стандартна неопределеност може да се изчисли чрез следната формула:

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

където:

$U_f$  е максималната стандартна неопределеност

$LOD$  е границата на откриване на метода

$C$  е концентрацията

Ако един аналитичен метод осигурява резултати от измервания с неопределеност, по-малка от максималната стандартна неопределеност, методът ще бъде еднакво подходящ спрямо онзи, който отговаря на характеристиките за представяне, дадени в таблицата.

4.4. *Изчисляване на аналитичния добив и отчет на резултатите*

Аналитичният резултат трябва да се отчита със или без корекция за аналитичен добив. Начинът на отчет и нивото на аналитичен добив трябва също да се отчитат. Резултатът от анализа, коригиран за аналитичен добив, се използва за проверка на съответствието (виж приложение I, точка 5).

Аналитикът трябва да вземе под внимание Доклада на Европейската комисия за връзката между резултатите от анализа, неопределеността на измерването, коефициентите на аналитичен добив и разпоредбите на законодателството на ЕС за храните (2).

Аналитичният резултат трябва да се отчете като  $x \pm U$ , където  $x$  е резултатът от анализа, а  $U$  е неопределеността на измерването.

4.5. *Лабораторни стандарти за качество*

Лабораториите трябва да отговарят на изискванията на Директива 93/99/ЕИО.

4.6. *Други съображения за анализа*

Изпитване за експертност

Участие в подходящи схеми за изпитване на експертност, които са съобразени с Международния хармонизиран протокол за изпитване на експертност в (химически) аналитични лаборатории (3), разработен под егидата на IUPAC/ISO/AOAC.

Вътрешен контрол на качеството

Лабораториите трябва да са в състояние да докажат, че имат действащи процедури за вътрешен контрол на качеството. Примери за такива са „ISO/AOAC/IUPAC Насоки за вътрешен контрол на качеството в лаборатории за аналитична химия“ (4).

## ПОЗОВАВАНИЯ

1. W. Horwitz, „Evaluation of Analytical Methods for Regulation of Foods and Drugs“, Anal. Chem., 1982, 54, 67A-76A.
  2. European Commission Report on the relationship between analytical results, the measurement of uncertainty, recovery factors and the provisions in EU food legislation, 2004.  
  
([http://europa.eu.int/comm/food/food/chemicalsafety/contaminants/index\\_en.htm](http://europa.eu.int/comm/food/food/chemicalsafety/contaminants/index_en.htm)).
  3. ISO/AOAC/IUPAC International Harmonised Protocol for Proficiency Testing of (Chemical) Analytical Laboratories, Edited by M. Thompson and R. Wood, Pure Appl. Chem., 1993, 65, 2123-2144 (Публикуван също в J. AOAC International, 1993, 76, 926).
  4. ISO/AOAC/IUPAC International Harmonised Guidelines for Internal Quality Control in Analytical Chemistry Laboratories, Edited by M. Thompson and R. Wood, Pure Appl. Chem., 1995, 67, 649-666.
-