

32005L0010

L 34/15

JURNALUL OFICIAL AL UNIUNII EUROPENE

8.2.2005

**DIRECTIVA 2005/10/CE A COMISIEI  
din 4 februarie 2005**

**de stabilire a metodelor de prelevare de probe și a metodelor de analiză pentru controlul oficial al  
conținutului de benzo(a)piren din produsele alimentare**

(Text cu relevanță pentru SEE)

COMISIA COMUNITĂȚILOR EUROPENE,

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 de probe și a metodelor de analiză comunitare pentru controlul produselor alimentare destinate consumului uman <sup>(1)</sup>, în special articolul 1,

întrucât:

- (1) Regulamentul (CE) nr. 466/2001 al Comisiei din 8 martie 2001 de stabilire a conținutului maxim pentru anumiți contaminanți din produsele alimentare <sup>(2)</sup> stabilește conținutul maxim pentru benzo(a)piren și face trimitere la dispozițiile de stabilire a metodelor de prelevare de probe și de analiză care trebuie aplicate.
- (2) Directiva 93/99/CEE a Consiliului din 29 octombrie 1993 privind măsurile suplimentare referitoare la controlul oficial al produselor alimentare <sup>(3)</sup> introduce un sistem de standarde de calitate pentru laboratoarele desemnate de statele membre să exercite controlul oficial al produselor alimentare.
- (3) Este necesar să se stabilească criterii generale pe care trebuie să le respecte metoda de analiză, pentru ca laboratoarele care au răspunderea controlului să aplice metode de analiză cu niveluri de performanță comparabile. De asemenea, este foarte important ca rezultatele analitice să fie raportate și interpretate în mod unitar, astfel încât să existe un demers armonizat de punere în aplicare. Aceste norme de interpretare se aplică la rezultatul analitic obținut pe proba pentru controlul oficial. În cazul analizei în vederea exercitării unei căi de atac sau arbitrajului, se aplică dispozițiile de drept intern.
- (4) Măsurile prevăzute de prezenta directivă sunt conforme cu avizul Comitetului permanent pentru lanțul alimentar și sănătatea animală,

ADOPTĂ PREZENTA DIRECTIVĂ:

*Articolul 1*

Statele membre iau toate măsurile necesare pentru a se asigura că prelevarea de probe în vederea controlului oficial al conținutului de benzo(a)piren din produsele alimentare se face în conformitate cu metodele descrise în anexa I la prezenta directivă.

*Articolul 2*

Statele membre iau toate măsurile necesare pentru a se asigura că pregătirea probelor și metodele de analiză utilizate pentru controlul oficial al conținutului de benzo(a)piren din produsele alimentare sunt conforme cu criteriile prevăzute de anexa II la prezenta directivă.

*Articolul 3*

Statele membre adoptă actele cu putere de lege și actele administrative necesare pentru a se conforma prezentei directive în 12 luni de la publicarea acesteia. Statele membre comunică de îndată Comisiei textele acestor acte, precum și un tabel de corespondență între aceste acte și prezenta directivă.

Atunci când statele membre adoptă aceste acte, ele 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 Uniunii Europene*.

Prezenta directivă se adresează statelor membre.

Adoptată la Bruxelles, 4 februarie 2005.

*Pentru Comisie*

Markos KYPRIANOU

*Membru al Comisiei*

<sup>(1)</sup> JO L 372, 31.12.1985, p. 50, directivă, astfel cum a fost modificată prin Regulamentul (CE) nr. 1882/2003 al Parlamentului European și al Consiliului (JO L 284, 31.10.2003, p. 1).

<sup>(2)</sup> JO L 77, 16.3.2001, p. 1, regulament, astfel cum a fost modificat ultima dată prin Regulamentul (CE) nr. 208/2005 (a se vedea pagina 3 din prezentul Jurnal Oficial).

<sup>(3)</sup> JO L 290, 24.11.1993, p. 14, directivă, astfel cum a fost modificată prin Regulamentul (CE) nr. 1882/2003.

## ANEXA I

**METODE DE PRELEVARE DE PROBE PENTRU CONTROLUL OFICIAL AL CONȚINUTULUI DE BENZO(A)PIREN DIN PRODUSELE ALIMENTARE****1. Obiectul și domeniul de aplicare**

Probele destinate controlului oficial al conținutului de benzo(a)piren din produse alimentare se prelevează în conformitate cu metodele prezentate mai jos. Probele globale astfel obținute se consideră ca fiind reprezentative pentru loturi. Respectarea conținutului maxim prevăzute de Regulamentul (CE) nr. 466/2001 se stabilește pe baza nivelurilor determinate în probele de laborator.

**2. Definiții**

„Lot”: o cantitate identificabilă de produs alimentar livrată într-un singur transport, despre care funcționarul responsabil a stabilit că prezintă caracteristici comune, cum ar fi originea, varietatea, tipul de ambalaj, ambalatorul, expeditorul sau marcajele.

„Sublot”: o parte a unui lot stabilită în vederea aplicării metodei de prelevare de probe pe această parte; fiecare sublot trebuie să fie separat din punct de vedere fizic și identificabil.

„Probă elementară”: o cantitate de material prelevată dintr-un singur punct al lotului sau sublotului.

„O probă globală”: totalul tuturor probelor elementare prelevate din lot sau sublot.

„Probă de laborator”: eșantion destinat laboratorului.

**3. Dispoziții generale****3.1. Personal**

Prelevarea de probe se efectuează de către o persoană autorizată, în conformitate cu specificațiile statelor membre.

**3.2. Material pentru prelevarea de probe**

Fiecare lot examinat trebuie să facă obiectul unei prelevări separate de probe.

**3.3. Precauții**

În cursul prelevării de probe și al pregătirii probelor se iau măsuri de precauție pentru a se evita orice modificări care ar putea afecta conținutul de benzo(a)piren sau care ar putea afecta negativ determinarea analitică sau caracterul reprezentativ al probei globale.

**3.4. Probe elementare**

Pe cât posibil, probele elementare se prelevează din locuri diferite, distribuite în ansamblul lotului sau sublotului. Orice abatere de la această procedură se consemnează în procesul-verbal.

**3.5. Pregătirea probei globale**

Proba globală se obține prin reunirea tuturor probelor elementare. Proba globală se omogenizează în laborator, cu excepția cazului în care acest lucru este incompatibil cu punerea în aplicare a punctului 3.6.

**3.6. Probe de laborator identice**

Probele de laborator identice utilizate în exercitarea controlului, pentru contestare sau arbitraj se prelevează din proba globală omogenizată, cu excepția cazului în care acest lucru contravine reglementărilor statelor membre cu privire la prelevarea de probe.

**3.7. Ambalarea și transportul probelor**

Fiecare probă se introduce într-un recipient curat, din material inert, care oferă o protecție adecvată împotriva contaminării și a deteriorării în timpul transportului. Se iau toate precauțiile necesare pentru a se evita orice modificare a compoziției probei, care ar putea surveni în timpul transportului sau depozitării.

**3.8. Sigilarea și etichetarea probelor**

Fiecare probă prelevată pentru uz oficial se sigilează în locul prelevării și se identifică în conformitate cu reglementările în vigoare în statul membru.

Se consemnează fiecare prelevare de probe, astfel încât să se poată identifica fără echivoc fiecare lot și se menționează locul de prelevare de probe, precum și orice informații suplimentare care ar putea fi utile pentru analist.

#### 4. Planuri de prelevare de probe

Metoda de prelevare de probe aplicată trebuie să asigure caracterul reprezentativ al probei globale pentru lotul care face obiectul controlului.

##### 4.1. Numărul de probe elementare

În cazul uleiurilor, pentru care se poate presupune o distribuție omogenă a benzo(a)pirenului în cadrul unui lot, este suficient să se preleveze trei probe elementare din fiecare lot, care să constituie proba globală. Se menționează numărul lotului. Pentru uleiul de măsline și uleiul de turtă de măsline, Regulamentul (CE) nr. 1989/2003 al Comisiei <sup>(1)</sup> prevede dispoziții suplimentare cu privire la prelevarea de probe.

Pentru alte produse, numărul minim de probe elementare care trebuie prelevate din lot este indicat în tabelul 1. Probele elementare trebuie să aibă o greutate similară, de cel puțin 100 g fiecare, obținându-se astfel o probă globală de cel puțin 300 g (a se vedea punctul 3.5).

TABELUL 1

#### Numărul minim de probe elementare care se prelevează din lot

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

Pentru cazul în care lotul este compus din ambalaje individuale, numărul ambalajelor care se prelevează pentru obținerea probei globale este prevăzut în tabelul 2.

TABELUL 2

#### Numărul de ambalaje (probe elementare) care se prelevează pentru obținerea probei globale atunci când lotul este format din ambalaje individuale

Număr de ambalaje sau unități în lot sau subplot	Numărul de ambalaje sau unități de prelevat
1-25	1 ambalaj sau unitate
26-100	cca. 5 %, cel puțin 2 ambalaje sau unități
> 100	cca. 5 %, cel mult 10 ambalaje sau unități

##### 4.2. Prelevare de probe în etapa vânzării cu amănuntul

Prelevarea de probe de produse alimentare în etapa vânzării cu amănuntul se face, dacă este posibil, în conformitate cu dispozițiile de mai sus. În cazul în care acest lucru nu este posibil, se pot utiliza alte proceduri eficiente de prelevare de probe în etapa vânzării cu amănuntul, cu condiția asigurării unui caracter suficient de reprezentativ al lotului eșantionat.

#### 5. Conformitatea lotului sau subplotului cu specificațiile

Laboratorul de control efectuează o dublă analiză a probei de laborator prelevată în vederea exercitării controlului în cazurile în care rezultatul obținut în urma primei analize este cu mai puțin de 20 % inferior sau superior conținutului maxim și, în aceste cazuri, calculează media rezultatelor.

Lotul este acceptat atunci când rezultatul primei analize sau, în cazurile în care este necesară o dublă analiză, atunci când media nu depășește conținutul maxim respectiv [conform dispozițiilor Regulamentului (CE) nr. 466/2001], ținând seama de incertitudinea de măsurare și de corecția pentru recuperare.

Lotul nu este conform cu conținutul maxim [conform dispozițiilor Regulamentului (CE) nr. 466/2001] în cazul în care rezultatul primei analize sau, în cazurile în care este necesară o dublă analiză, dacă media depășește în mod cert conținutul maxim, ținând seama de incertitudinea de măsurare și de corecția pentru recuperare.

(<sup>1</sup>) JO L 295, 13.11.2003, p. 57.

## ANEXA II

**PREGĂTIREA PROBELOR ȘI CRITERIILE APLICABILE METODELOR DE ANALIZĂ UTILIZATE  
PENTRU CONTROLUL OFICIAL AL CONȚINUTULUI DE BENZO(A)PIREN DIN PRODUSELE  
ALIMENTARE**

**1. Precauții și generalități cu privire la benzo(a)pirenului din probele de produse alimentare**

Cerința de bază este de a se obține o probă de laborator reprezentativă și omogenă, fără să se producă o contaminare secundară.

Analistul trebuie să se asigure că probele nu se contaminatează în timpul pregătirii lor. Recipientele se clătesc înainte de utilizare cu acetonă sau hexan de înaltă puritate (p.A., de calitate HPLC sau echivalentă), pentru a se reduce la minim riscul de contaminare. Pe cât posibil, aparatele care intră în contact cu proba prelevată trebuie să fie confecționate din materiale inerte, cum ar fi aluminiul, sticla sau oțelul inoxidabil șlefuit. Se vor evita materialele plastice, cum ar fi polipropilena, PTFE etc., deoarece analitul poate fi absorbit pe aceste materiale.

Pentru pregătirea materialului de testat se utilizează tot materialul prelevat primit de laborator. Numai probele foarte bine omogenizate permit obținerea unor rezultate reproductibile.

Există multe proceduri specifice de pregătire a probelor care pot fi utilizate în mod satisfăcător.

**2. Tratarea probei primite în laborator**

Proba globală completă se macină fin (dacă este cazul) și se omogenizează, prin utilizarea unei metode care permite omogenizarea completă.

**3. Subdivizarea probelor utilizate pentru aplicarea controlului și pentru exercitarea căii de atac**

Probele identice utilizate pentru aplicarea controlului, pentru exercitarea unei căi de atac și arbitraj se prelevează din materialul omogenizat, cu excepția cazului în care acest lucru contravine reglementărilor statutului membru cu privire la prelevarea de probe.

**4. Metoda de analiză care trebuie utilizată de laborator și cerințe de control pentru laborator**

**4.1. Definiții**

Câteva dintre definițiile cel mai des utilizate care trebuie aplicate de laborator sunt prezentate mai jos:

$r =$  Repetabilitate; valoarea sub care este de așteptat ca diferența absolută dintre rezultatele a două teste individuale, obținute în condiții de repetabilitate (adică aceeași probă, același operator, același aparat, același laborator și interval scurt de timp) să se încadreze într-o limită de probabilitate dată (în principiu 95 %); de unde  $r = 2,8 \times s_r$ .

$s_r =$  Deviația standard, calculată din rezultatele generate în condiții de repetabilitate.

$RSD_r =$  Deviația relativă standard, calculată din rezultatele generate în condiții de repetabilitate [ $s_r/\bar{x} \times 100$ ].

$R =$  Reproducibilitatea, valoarea sub care este de așteptat ca diferența absolută dintre rezultatele testelor individuale, obținute în condiții de reproducibilitate (adică pe material identic obținut de operatori în diferite laboratoare, utilizând metoda de testare standardizată), să se încadreze într-o limită de probabilitate dată (în principiu 95 %);  $R = 2,8 \times s_R$ .

$s_R =$  Deviația standard, calculată din rezultatele în condiții de reproducibilitate.

$RSD_R =$  Deviația standard relativă, calculată din rezultatele generate în condiții de reproducibilitate [ $s_R/\bar{x} \times 100$ ], unde  $\bar{x}$  este media rezultatelor tuturor laboratoarelor și probelor.

$HORRAT_r =$   $RSD_r$  observată, împărțită la valoarea  $RSD_r$  estimată din ecuația Horwitz (1), utilizând ipoteza  $r = 0,66R$ .

$HORRAT_R =$  Valoarea  $RSD_R$  observată, împărțită la valoarea  $RSD_R$  calculată din ecuația Horwitz.

$U =$  Incertitudinea extinsă, utilizând un factor de acoperire 2, care oferă un nivel de încredere de aproximativ 95 %.

4.2. *Cerințe generale*

Metodele de analiză utilizate pentru controlul alimentelor trebuie să respecte punctele 1 și 2 din anexa la Directiva 85/591/CEE a Consiliului.

4.3. *Cerințe specifice*

În cazul în care la nivel comunitar nu sunt prevăzute metode specifice pentru determinarea benzo(a)pirenului din produsele alimentare, laboratoarele pot alege orice metodă validată, cu condiția ca metoda aleasă să respecte criteriile de performanță indicate în Tabel. Validarea ar trebui să includă, în mod ideal, un material de referință certificat.

TABEL

**Criterii de performanță pentru metodele de analiză referitoare la benzo(a)piren**

Parametru	Valoare/observație
Aplicabilitate	Produsele alimentare menționate în Regulamentul (CE) nr. .../2005
Limită de detecție	Cel mult 0,3 µg/kg
Limită de cuantificare	Cel mult 0,9 µg/kg
Precizie	Valori HORRAT <sub>T</sub> sau HORRAT <sub>R</sub> sub 1,5 în testul colectiv de validare
Recuperare	50 %-120 %
Specificitate	Fără interferențe cauzate de matrice ori spectrale, verificarea detecției pozitive

4.3.1. **Criterii de performanță – Abordarea funcției de incertitudine**

Cu toate acestea, se poate utiliza și o abordare bazată pe incertitudine pentru a evalua dacă metoda de analiză care va fi aplicată de laborator este corespunzătoare. Laboratorul poate utiliza o metodă care va produce rezultate în limitele unei incertitudini maxime standard. Incertitudinea standard maximă poate fi calculată cu ajutorul următoarei formule:

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

unde:

$U_f$  este incertitudinea standard maximă

$LOD$  este limita de detecție a metodei

$C$  este concentrația care prezintă interes.

În cazul în care o metodă analitică dă rezultate în care incertitudinea de măsurare este mai mică decât incertitudinea standard maximă, metoda este la fel de valabilă cu metoda care este conformă cu caracteristicile de performanță prevăzute de tabel.

4.4. *Calculul recuperării și înregistrarea rezultatelor*

Rezultatul analizei se înregistrează sub formă corectată sau necorectată pentru recuperare. Se menționează modul de înregistrare și nivelul de recuperare. Rezultatul analitic corectat pentru recuperare se utilizează pentru verificarea conformității (a se vedea anexa I punctul 5).

Analistul trebuie să țină seama de „Raportul Comisiei Europene privind relația dintre rezultatele analitice, determinarea incertitudinii, factorii de recuperare și dispozițiile legislației UE privind produsele alimentare” (2).

Rezultatul analizei se înregistrează ca  $x + / - U$ , unde  $x$  este rezultatul analizei, iar  $U$  este incertitudinea de măsurare.

4.5. *Standarde de calitate aplicabile laboratoarelor*

Laboratoarele trebuie să respecte Directiva 93/99CEE.

4.6. *Alte considerații cu privire la analiză*

Verificarea competenței

Participarea la programe de verificare a competenței care sunt conforme cu „International Harmonised Protocol for the Proficiency Testing of (Chemical) Analytical Laboratories” (3), elaborat sub egida IUPAC/ISO/AOAC.

Controlul intern al calității

Laboratoarele trebuie să poată demonstra că aplică proceduri interne de control al calității. Printre acestea se numără „ISO/AOAC/IUPAC Guidelines on Internal Quality Control in Analytical Chemistry Laboratories” (4).

## REFERINȚE

1. W. Horwitz, „Evaluation of Analytical Methods for Regulation of Foods and Drugs”, *Anal. Chem.*, 1982, 54, 67A-76A.
  2. Raportul Comisiei Europene privind relația dintre rezultatele analitice, determinarea incertitudinii, factorii de recuperare și dispozițiile legislației comunitare referitoare la produsele alimentare, 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”, editat de M. Thompson și R. Wood, *Pure Appl. Chem.*, 1993, 65, 2123-2144 (publicat și în *J. AOAC International*, 1993, 76, 926).
  4. ISO/AOAC/IUPAC International Harmonised Guidelines for Internal Quality Control in Analytical Chemistry Laboratories, editat de M. Thompson și R. Wood, *Pure Appl. Chem.*, 1995, 67, 649-666.
-