

KOMISJONI DIREKTIIV 2005/10/EÜ,**4. veebruar 2005,****millega kehtestatakse proovivõtu- ja analüüsimeetodid benso(a)püreenisisalduse ametlikuks kontrollimiseks toiduainetes****(EMPs kohaldatav tekst)**

EUROOPA ÜHENDUSTE KOMISJON,

võttes arvesse Euroopa Ühenduse asutamislepingut,

võttes arvesse nõukogu 20. detsembri 1985. aasta direktiivi 85/591/EMÜ inimtarbimiseks ettenähtud toiduainete kontrolliks vajalike ühenduse proovivõtu- ja analüüsimeetodite kehtestamise kohta, ⁽¹⁾ eriti selle artiklit 1,

ning arvestades järgmist:

- (1) Komisjoni 8. märtsi 2001. aasta määrusega (EÜ) nr 466/2001, millega sätestatakse teatavate saasteainete piirnormid toiduainetes ⁽²⁾ määrati kindlaks benso(a)püreeni piirnormid ja viidati kohaldatavatele proovivõtu- ja analüüsimeetoditele.
- (2) Nõukogu 29. oktoobri 1993. aasta direktiiviga 93/99/EMÜ (toiduainete ametlikku kontrolli käsitlevate lisameetmete kohta) ⁽³⁾ kehtestati selliste laborite kvaliteedinõuete süsteem, kellele liikmesriigid on teinud ülesandeks toiduainete ametliku kontrollimise.
- (3) Tagamaks, et kontrolli teostavad laborid kasutaksid võrreldava tulemuslikkusega analüüsimeetodeid, on vaja kehtestada üldkriteeriumid, millele analüüsimeetod peab vastama. Samuti on väga tähtis, et analüüsitulemusi edastatakse ja tõlgendatakse ühtses vormis, et oleks tagatud eeskirjade ühtne täitmine. Need tõlgenduseeskirjad on ametlikul kontrollimisel võetud proovidest saadud analüüsitulemuste rakendamiseks. Kaubanduse kaitse ja võrdlemise eesmärgil tehtud analüüside puhul kohaldatakse siseriiklikke eeskirju.
- (4) Käesolevas direktiivis sätestatud meetmed on kooskõlas toiduahela ja loomatervishoiu alalise komitee arvamusega,

ON VASTU VÕTNUD KÄESOLEVA DIREKTIIVI:

Artikkel 1

Liikmesriigid võtavad kõik vajalikud meetmed, et tagada toiduainete benso(a)püreenisisalduse ametliku kontrolli jaoks proovide võtmine käesoleva direktiivi I lisas kirjeldatud meetodite kohaselt.

Artikkel 2

Liikmesriigid võtavad kõik vajalikud meetmed, et tagada toiduainete benso(a)püreenisisalduse ametliku kontrolli käigus valmistatavate proovide ja kasutatavate analüüsimeetodite vastavus käesoleva direktiivi II lisas kirjeldatud kriteeriumidele.

Artikkel 3

Liikmesriigid jõustavad käesoleva direktiivi täitmiseks vajalikud õigusnormid 12 kuu jooksul selle avaldamisest. Nad edastavad koheselt komisjonile asjakohaste õigusnormide tekstid ning kõnealuste normide ja käesoleva direktiivi vahelise vastavustabeli.

Kui liikmesriigid need normid vastu võtavad, lisavad nad nendesse normidesse või nende normide ametliku avaldamise korral nende juurde viite käesolevale direktiivile. Sellise viitamise viisi näevad ette liikmesriigid.

Artikkel 4

Käesolev direktiiv jõustub kahekskümnendal päeval pärast selle avaldamist *Euroopa Liidu Teatajas*.

Käesolev direktiiv on adresseeritud liikmesriikidele.

Brüssel, 4. veebruar 2005

*Komisjoni nimel**komisjoni liige*

Markos KYPRIANOU

⁽¹⁾ EÜT L 372, 31.12.1985, lk 50. Direktiivi on muudetud Euroopa Parlamendi ja nõukogu määrusega (EÜ) nr 1882/2003 (ELT L 284, 31.10.2003, lk 1).

⁽²⁾ EÜT L 77, 16.3.2001, lk 1. Määrust on viimati muudetud määrusega (EÜ) nr 208/2005 (Vaata käesoleva *Euroopa Liidu Teataja* lk 3).

⁽³⁾ EÜT L 290, 24.11.1993, lk 14. Direktiivi on muudetud määrusega (EÜ) nr 1882/2003.

I LISA

PROOVIVÕTUMEETODID BENSO(A)PÜREENISISALDUSE AMETLIKUKS KONTROLLIMISEKS TEATAVATES TOIDUAINETES**1. Eesmärk ja rakendusala**

Toiduainete benso(a)püreenisisalduse ametlikuks kontrollimiseks ettenähtud proovid võetakse allpool kirjeldatud meetodite kohaselt. Selliselt võetud koondproovid loetakse asjakohastele partiidele tüüpilisteks. Määrusega (EÜ) nr 466/2001 kehtestatud piirmäärade järgimine tehakse kindlaks laboriproovides määratud sisalduste põhjal.

2. Mõisted

Partii: samal ajal tarnitud eristatav toidukauba kogus, mille puhul ametnik on kindlaks teinud järgmised ühised omadused: päritolu, sort, pakkimisviis, pakkija, saatja või märgistused.

Osapartii: teatav suure partii osa, mille puhul kohaldatakse proovivõtumeetodit. Iga osapartii peab olema füüsiliselt eraldatud ja kindlakstehtav.

Valim: partii või osapartii ühest kohast võetud materjalikogus.

Koondproov: kõikide partiist või osapartiist võetud valimite koguhulk.

Laboriproov: labori jaoks ettenähtud proov.

3. Üldsätted**3.1. Töötajad**

Proove võtab selleks liikmesriigis kehtiva korra kohaselt volitatud isik.

3.2. Proovide lähtematerjal

Igast kontrollitavast partiist tuleb võtta eraldi proovid.

3.3. Ettevaatusabinõud

Proovide võtmisel ja ettevalmistamisel tuleb rakendada ettevaatusabinõusid, et hoida ära mistahes muutusi, mis võiksid mõjutada benso(a)püreeni sisaldust, mõjuda negatiivselt analüüsitulemuste väljaselgitamisele või muuta koondproovide tüüpilisust.

3.4. Valimid

Võimaluse korral võetakse valimid partii või osapartii erinevatest ja üle kogu partii paiknevatest osadest. Kõrvalekaldumine sellest reeglist tuleb märkida protokollis.

3.5. Koondproovi ettevalmistamine

Koondproov saadakse kõikide valimite segamise teel. Laboris koondproov homogeneeritakse, tingimusel et see ei takista punkti 3.6 nõuete täitmist.

3.6. Paralleelsed laboriproovid

Tingimusel, et see on kooskõlas liikmesriikide määrustega proovivõtu kohta, võetakse homogeneenitud koondproovist paralleelsed proovid, mis on ette nähtud eeskirjade täitmise tagamiseks, kaubanduse kaitseks ja võrdlemiseks.

3.7. Proovide pakkimine ja vedu

Iga proov pannakse puhtasse inertsesse konteinerisse, mis pakub küllaldaselt kaitset saastumise ja transportimisel tekkida võivate kahjustuste eest. Transportimise või ladustamise ajal tekkida võiva koond- ja laboriproovide koostise muutuse vältimiseks võetakse kõik vajalikud ettevaatusabinõud.

3.8. Proovide pitseerimine ja märgistamine

Kõik ametlikuks kasutamiseks võetud proovid pitseeritakse proovivõtukohas ja märgistatakse vastavalt asjaomase liikmesriigi eeskirjadele.

Iga proovivõtt registreeritakse nii, et iga partii oleks üheselt identifitseeritav, ja märgitakse proovi võtmise koht ja kuupäev ning muu lisateave, millest analüüsijal võiks abi olla.

4. Proovivõtuplaanid

Kasutatav proovivõtumeetod peab tagama, et koondproov on kontrollitavale partiile tüüpiline.

4.1. Valimite arv

Õlide puhul, mille juures võib eeldada benso(a)püreeni ühtlast jagunemist asjakohases partiis, piisab koondproovi saamiseks kolme valimi võtmisest partii kohta. Tuleb näidata partii number. Oliiviõlist ja pressitud oliiviõlist proovide võtmise kohta saab põhjalikumalt teavet komisjoni määrusest (EÜ) nr 1989/2003.⁽¹⁾

Muude toodete puhul on partiist võetavate valimite miinimumarv esitatud tabelis 1. Valimid peavad olema ühesuguse kaaluga, iga proov vähemalt 100 g raske, nii et koondproovi kaal oleks vähemalt 300 g (vt punkt 3.5).

TABEL 1

Partiist võetavate valimite miinimumarv

Partii kaal (kg)	Võetavate valimite miinimumarv
< 50	3
50–500	5
> 500	10

Kui partii koosneb üksikpakenditest, lähtutakse koondproovi võetavate pakendite arvu määramisel tabelist 2.

TABEL 2

Koondproovi saamiseks võetavate pakendite (valimite) arv, kui partii koosneb eraldi pakenditest

Pakendite või ühikute arv partiis või osapartiis	Proovi jaoks võetavate pakendite või ühikute arv
1–25	1 pakend või ühik
26–100	Ligikaudu 5 %, vähemalt kaks pakendit või ühikut
> 100	Ligikaudu 5 %, mitte enam kui kümme pakendit või ühikut

4.2. Proovide võtmine jaemüügil

Võimaluse korral peab proovide võtmine jaemüügil toimuma samuti eespool esitatud proovide võtmist reguleerivate sätete kohaselt. Kui see ei ole võimalik, võib jaemüügil proovide võtmisel kasutada muid tulemuslikke proovivõtmemenetlusi, tingimusel et need tagavad kontrollitava partii piisava tüüpilisuse.

5. Partii või osapartii vastavus spetsifikatsioonile

Kontroll-labor analüüsib laboriproovi eeskirjade täitmise tagamiseks kaks korda, kui esimesel analüüsil saadud tulemus on vähem kui 20 % piirmäärast väiksem või suurem, ning arvutab tulemuste keskmise.

Partii võetakse vastu, kui esimese analüüsi tulemus on piirmäärast üle 20 % väiksem või kui kordusanalüüsi tegemise puhul ei ületa keskmine tulemus määruses (EÜ) nr 466/2001 sätestatud asjakohast piirmäära, võttes arvesse mõõtemääramatust ja saagise parandust.

Partii loetakse määruses (EÜ) nr 466/2001 sätestatud piirmäärale mittevastavaks, kui esimese analüüsi või kordusanalüüsi puhul ületab keskmine näitaja ilma kahtluseta piirmäära, võttes arvesse mõõtemääramatust ja saagise parandust.

⁽¹⁾ ELT L 295, 13.11.2003, lk 57.

II LISA

**PROVIDE ETTEVALMISTAMINE JA KASUTATAVATE ANALÜÜSIMEETODITE KRITERIUMID
BENSO(A)PÜREENISALDUSE AMETLIKUKS KONTROLLIKS TEATAVATES TOIDUAINETES****1. Ettevaatusabinõud ja üldnõuded toiduainete benso(a)püreenisisalduse analüüsimisel**

Põhinõudeks on saada tüüpiline ja homogeenne laboriproov teisese saastumiseta.

Analüüsija peab tagama, et proovid analüüsiks ettevalmistamise käigus ei saastuks. Saastamisrisiki minimeerimiseks tuleb konteinereid enne kasutamist loputada kõrge puhtusastmega (p.A., HPLC või sellega võrdväärne puhtusaste) atsetooni või heksaaniga. Kui vähegi võimalik, peaks prooviga kokku puutuv aparatuur olema valmistatud inertsetest materjalidest, näiteks alumiiniumist, klaasist või lihvitud roostevabast terasest. Plastikuid nagu polüpropüleen, PTFE jms tuleks vältida, kuna analüüt võib nende materjalide pinnale adsorbeeruda.

Laborisse toodud proovide materjal tuleb analüüsise ettevalmistamiseks tervenisti ära kasutada. Korratavaid katsetulemusi annavad ainult väga põhjalikult homogeenitud proovid.

Nõuetekohaseid proovide ettevalmistamise erimenetlusi, mida võib kasutada, on palju.

2. Laborisse toodud proovi käitlemine

Kogu koondproov segatakse põhjalikult läbi ja vajaduse korral peenestatakse pulbriks, kasutades meetodeid, mille puhul on tõestatud, et need tagavad täieliku homogeenimise.

3. Proovide jagamine eeskirjade täitmise tagamiseks ja kaitse eesmärgil

Homogeenitud materjalist võetakse eeskirjade täitmise tagamiseks, kaubanduse kaitse ja võrdlemise eesmärgil paralleelproovid, välja arvatud juhul, kui see on liikmesriikide proovivõtueeskirjadega vastuolus.

4. Laboris kasutatav analüüsimeetod ja laborikontrolli nõuded**4.1. Mõisted**

Järgnevalt esitatakse mõned kõige sagedamini esinevad mõisted, mille kasutamist laboritelt nõutakse:

r = korratavus – näitaja, millest allpool jääb korratavuse tingimustel (st sama proov, sama määraja, samad seadmed, sama labor, lühike ajaline vahe) läbiviidud kahe üksikkatse tulemuste absoluutne erinevus teatava tõenäosuse piiresse (harilikult 95%), ja seega $r = 2.8 \times s_r$.

s_r = standardhälve, arvutatakse korratavuse tingimustel saadud tulemuste põhjal.

RSD_r = korratavuse tingimustes saadud tulemuste põhjal arvatud suhteline standardhälve $[(s_r/\bar{x}) \times 100]$.

R = reprodutseeritavus – näitaja, millest allpool jääb reprodutseeritavuse tingimustel (st identse materjaliga erinevates laborites standardsete katsemeetodite kohaselt) läbiviidud üksikkatsete tulemuste absoluutne erinevus teatava tõenäosuse piiresse (harilikult 95%); $R = 2.8 \times s_R$.

s_R = standardhälve, arvutatakse reprodutseeritavuse tingimustel saadud tulemuste põhjal.

RSD_R = reprodutseeritavuse tingimustel saadud tulemuste põhjal arvatud suhteline standardhälve $[(s_R/\bar{x}) \times 100]$, kus on kõigi laborite kõigi proovide keskmine analüüsitulemus.

$HORRAT_r$ = saadud RSD_r , mis on jagatud RSD_r väärtusega, mis on saadud Horwitzi võrrandist (viide 1) eeldusel, et $r = 0,66R$.

$HORRAT_R$ = saadud RSD_R väärtus, mis on jagatud RSD_R väärtusega, mis on saadud Horwitzi võrrandist.

U = laiendmääramatus katteteguri 2 juures, mis annab ligikaudu 95% suuruse usaldusväärsuse.

4.2. Üldnõuded

Toiduainete kontrolliks kasutatavad analüüsimeetodid peavad vastama nõukogu direktiivi 85/591/EMÜ lisa punktide 1 ja 2 sätetele.

4.3. Erinõuded

Kui ühenduse tasandil ei ole toiduainete benso(a)püreenisisalduse määramise konkreetseid meetodeid ette kirjutatud, võivad laborid kasutada ükskõik millist valideeritud meetodit, tingimusel et see vastab tabelis 2 toodud tulemuslikkuse kriteeriumitele. Võimaluse korral hõlmab kinnitamine sertifitseeritud etalonainet.

TABEL

Benso(a)püreeni sisalduse analüüsimise meetodite tulemuslikkuse kriteeriumid

Näitaja	Arvuline suurus/Märkused
Kohaldatavus	Määruses (EÜ) nr .../2003 nimetatud toiduained
Avastamispiir	Maksimaalselt 0,3 µg/kg
Määramispiir	Maksimaalselt 0,9 µg/kg
Täpsus	Valideerimise ringtestis alla 1,5 jäävad HORRAT _r või HORRAT _R väärtused
Saagis	50 %–120 %
Spetsiifilisus	Maatriks- või spektraalinterferentsi ei esine, positiivse avastamise kontroll

4.3.1. Tulemuslikkuse kriteeriumid – määramatusfunktsioonil põhinev lähenemine

Hindamaks, kui hästi mingi analüüsimeetod laboris kasutamiseks sobib, võib kasutada ka määramatuse näitajal põhinevat lähenemisviisi. Labor võib kasutada meetodit, mis annab tulemusi maksimaalse standardmääramatuse piirides. Maksimaalne standardmääramatus leitakse järgmise valemiga:

$$Uf = \sqrt{[(LOD/2)^2 + (0.2C)^2]}$$

kus

Uf on maksimaalne standardmääramatus

LOD on kõnealust meetodit iseloomustav avastamispiir

C on huvipakkuv kontsentratsioon

Analüüsimeetod, mis annab tulemusi maksimaalsest standardmääramatusest väiksemate määramatuse väärtuste korral, on niisama kasutuskõlblik nagu tabelis esitatud tulemuslikkuse kriteeriumitele vastavad meetodid.

4.4. Saagise arvutamine ja tulemuste esitamine

Analüüsitulemus tuleb esitada saagise suhtes korrigeeritud või korrigeerimata kujul. Tulemuse esitamise viis ja saagise määr tuleb teatada. Vastavuse kontrollimiseks kasutatakse saagise suhtes korrigeeritud analüüsitulemust (vt I lisa punkt 5).

Analüüsija peab oma töös arvestama Euroopa Komisjoni aruannet analüüsitulemuste, määramatuse mõõtmise, saagise tegurite ja Euroopa Liidu toiduainete-alaste õigusnormide vaheliste seoste kohta (viide 2).

Analüüsitulemus esitatakse kujul $x \pm U$, kus x on analüüsitulemus ja U on mõõtemääramatus.

4.5. Laborite kvaliteedinõuded

Laborid peavad vastama direktiivi 93/99/EMÜ nõuetele.

4.6. Muud analüüsinõuded

Tasemekatsed

Osavõtt asjakohastest tasemekatsetest, mis vastavad IUPAC/ISO/AOAC egiidi all välja töötatud ühtlustatud rahvusvahelisele protokollile (keemilise analüüsi laborite tasemekatsete kohta ("International Harmonised Protocol for the Proficiency Testing of (Chemical) Analytical Laboratories"))(viide 3).

Laborisisene kvaliteedikontroll

Laborid peavad suutma tõestada, et nad kohaldavad sisemist kvaliteedikontrolli. Siin on eeskujuks ISO/AOAC/IUPAC juhised analüütilise keemia laborite sisemise kvaliteedikontrolli kohta ("ISO/AOAC/IUPAC Guidelines on Internal Quality Control in Analytical Chemistry Laboratories") (viide 4).

VIITED

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).
 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 (Also published in *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.
-