

KOMISSION DIREKTIIVI 2005/10/EY,**annettu 4 päivänä helmikuuta 2005,****näytteenotto- ja määrittämenetelmistä elintarvikkeiden bentso(a)pyreenipitoisuuksien virallista tarkastusta varten****(ETA:n kannalta merkityksellinen teksti)**

EUROOPAN YHTEISÖJEN KOMISSIO, joka

ottaa huomioon Euroopan yhteisön perustamissopimuksen,

ottaa huomioon elintarvikkeiden tarkastamisessa tarvittavien yhteisön näytteenottomenetelmien ja analyysimenetelmien käyttöön ottamisesta 20 päivänä joulukuuta 1985 annetun neuvoston direktiivin 85/591/ETY⁽¹⁾ ja erityisesti sen 1 artiklan,

sekä katsoo seuraavaa:

- (1) Tiettyjen elintarvikkeissa olevien vieraiden aineiden enimmäismäärien vahvistamisesta 8 päivänä maaliskuuta 2001 annetussa komission asetuksessa (EY) N:o 466/2001⁽²⁾ vahvistetaan bentso(a)pyreenin enimmäismäärät ja viitataan toimenpiteisiin, joilla vahvistetaan käytettävät näytteenotto- ja määrittämenetelmät.
- (2) Virallista elintarvikkeiden tarkastusta koskevista lisätoimenpiteistä 29 päivänä lokakuuta 1993 annetussa neuvoston direktiivissä 93/99/ETY⁽³⁾ otetaan käyttöön laatustandardijärjestelmä laboratorioille, joiden tehtäväksi jäsenvaltiot ovat antaneet elintarvikkeiden virallisen tarkastuksen.
- (3) On tarpeen vahvistaa yleiset perusteet, jotka määrittämenetelmien on täytettävä, jotta tarkastuksia suorittavien laboratorioiden käyttämät menetelmät olisivat vertailukelpoisia. Lisäksi on erittäin tärkeää, että määrittä tulokset ilmoitetaan ja tulkitaan yhtenäisesti, jotta varmistetaan yhdenmukaistettu valvonta. Näitä tulkintasääntöjä sovelletaan virallista tarkastusta varten otetuista näytteistä saatuihin määrittä tuloksiin. Oikeustoimiin ja kiistojen ratkaisumenettelyihin tarkoitettuihin määrittäksiin sovelletaan kansallisia sääntöjä.
- (4) Tässä direktiivissä säädetty toimenpiteet ovat elintarvikkeiden ja eläinten terveyttä käsittelevän pysyvän komitean lausunnon mukaiset,

ON ANTANUT TÄMÄN DIREKTIIVIN:

1 artikla

Jäsenvaltioiden on toteutettava kaikki tarvittavat toimenpiteet varmistaa, että näytteet elintarvikkeiden bentso(a)pyreenipitoisuuksien virallista tarkastusta varten otetaan tämän direktiivin liitteessä I esitettyjen menetelmien mukaisesti.

2 artikla

Jäsenvaltioiden on toteutettava kaikki tarvittavat toimenpiteet varmistaa, että näytteiden valmistaminen ja elintarvikkeiden bentso(a)pyreenipitoisuuksien virallisessa tarkastuksessa käytetyt määrittämenetelmät vastaavat tämän direktiivin liitteessä II esitettyjä vaatimuksia.

3 artikla

Jäsenvaltioiden on saatettava tämän direktiivin noudattamisen edellyttämät lait, asetukset ja hallinnolliset määräykset voimaan 12 kuukauden kuluessa direktiivin julkaisemisesta. Niiden on toimitettava nämä säännökset kirjallisina komissiolle viipymättä sekä kyseisiä säännöksiä ja tätä direktiiviä koskeva vastaavuus- taulukko.

Näissä jäsenvaltioiden antamissa säännöksissä on viitattava tähän direktiiviin tai niihin on liitettävä tällainen viittaus, kun ne virallisesti julkaistaan. Jäsenvaltioiden on säädettävä siitä, miten viittaukset tehdään.

4 artikla

Tämä direktiivi tulee voimaan kahdentenakymmenentenä päivänä sen jälkeen, kun se on julkaistu *Euroopan unionin virallisessa lehdessä*.

Tämä direktiivi on osoitettu kaikille jäsenvaltioille.

Tehty Brysselissä 4 päivänä helmikuuta 2005.

Komission puolesta
Markos KYPRIANOU
Komission jäsen

⁽¹⁾ EYVL L 372, 31.12.1985, s. 50. Direktiivi sellaisena kuin se on muutettuna Euroopan parlamentin ja neuvoston asetuksella (EY) N:o 1882/2003 (EUVL L 284, 31.10.2003, s. 1).

⁽²⁾ EYVL L 77, 16.3.2001, s. 1. Asetus sellaisena kuin se on viimeksi muutettuna asetuksella (EY) N:o 208/2005 (katso tämän virallisen lehden sivu 3).

⁽³⁾ EYVL L 290, 24.11.1993, s. 14. Direktiivi sellaisena kuin se on muutettuna asetuksella (EY) N:o 1882/2003.

LIITE I

NÄYTTEENOTTOMENETELMÄT TIETTYJEN ELINTARVIKKEIDEN BENTSO(A)PYREENIPITOISUUKSIEN VIRALLISTA TARKASTUSTA VARTEN**1. Tavoite ja soveltamisala**

Elintarvikkeiden bentso(a)pyreenipitoisuuden viralliseen tarkastukseen tarkoitetut näytteet on otettava jäljempänä esitettyjen menettelyjen mukaisesti. Tällä tavoin saatuja kokoomanäytteitä pidetään tutkittavia eriä edustavina. Laboratorionäytteistä löydettyjen pitoisuuksien perusteella arvioidaan, noudattavatko tutkittavat erät asetuksessa (EY) N:o 466/2001 vahvistettuja enimmäismääriä.

2. Määritelmät

'Erä': Yhdellä kertaa toimitettu tietty määrä elintarviketta, jonka osalta viranomainen on vahvistanut, että sillä on seuraavia yhteisiä ominaisuuksia: alkuperä, lajike, pakkaustapa, pakkaaja, lähettäjä tai merkinnät.

'Osaerä': Suuremmasta erästä erotettu tietty osa, johon sovelletaan näytteenottomenetelmää; jokaisen osaerän on oltava fyysisesti erillinen ja yksilöitävissä.

'Perusnäyte': Tutkittavan erän tai osaerän yhdestä ainoasta kohdasta otettu näyte.

'Kokoomanäyte': Kaikkien tutkittavasta erästä tai osaerästä otettujen perusnäytteiden muodostama kokonaisuus.

'Laboratorionäyte': Laboratoriolle tarkoitettu näyte.

3. Yleiset säännökset**3.1 Henkilöstö**

Näytteenottajan on oltava kyseisessä jäsenvaltiossa voimassa olevien sääntöjen mukaisesti tähän tehtävään valtuutettu henkilö.

3.2 Tuote, josta näyte otetaan

Jokaisesta tutkittavasta erästä otetaan erilliset näytteet.

3.3 Varotoimenpiteet

Näytteenoton ja näytteiden valmistuksen aikana on toteutettava varotoimenpiteitä, joilla vältetään kaikki mahdolliset muutokset, jotka voivat vaikuttaa bentso(a)pyreenipitoisuuteen, määrittämiseen tai kokoomanäytteen edustavuuteen.

3.4 Perusnäytteet

Perusnäytteet on mahdollisuuksien mukaan otettava tutkittavan erän tai osaerän eri kohdista. Jos tästä säännöstä poiketaan, siitä on aina ilmoitettava näytteenottotodistuksessa.

3.5 Kokoomanäytteen valmistaminen

Kokoomanäyte saadaan yhdistämällä kaikki perusnäytteet. Kokoomanäyte on homogenoitava laboratoriossa sillä edellytyksellä, että tällainen menettely on 3.6 kohdan täytäntöönpanon mukainen.

3.6 Samanlaiset laboratorionäytteet

Valvontatoimenpiteisiin, kaupankäyntiin ja kiistojen ratkaisumenettelyihin tarkoitetut samanlaiset laboratorionäytteet on otettava homogenoidusta kokoomanäytteestä sillä edellytyksellä, että tällainen menettely on jäsenvaltiossa noudatettavien sääntöjen mukainen.

3.7 Näytteiden pakkaaminen ja lähettäminen

Jokainen näyte on pakattava inertistä materiaalista valmistettuun puhtaaseen astiaan, joka suojaa näytettä riittävästi kontaminaatiolta ja mahdollisilta kuljetusvaurioilta. On myös toteutettava kaikki tarvittavat varotoimenpiteet, joilla estetään näytteen koostumuksen muuttuminen kuljetuksen tai varastoinnin aikana.

3.8 Näytteiden sinetöinti ja merkitseminen

Jokainen viralliseen käyttöön otettu näyte on sinetöitävä näytteenotto paikalla ja merkittävä jäsenvaltiossa voimassa olevien sääntöjen mukaisesti.

Kustakin näytteenotosta on laadittava näytteenottotodistus, jonka perusteella on mahdollista yksiselitteisesti tunnistaa erä, josta näyte on otettu. Näytteenottotodistuksessa on ilmoitettava näytteenotto paikka ja -aika sekä kaikki lisätiedot, joista voi olla hyötyä määrittäjäntekijälle.

4. Näytteenottosuunnitelmat

Käytettävällä näytteenottomenetelmällä on varmistettava, että kokoomanäyte on edustava otos tarkastettavasta erästä.

4.1 Perusnäytteiden lukumäärä

Jos on kyse öljyistä, joiden osalta voidaan olettaa, että bentso(a)pyreeni on jakautunut homogeenisesti tietyssä erässä, riittää, että erää kohti otetaan kolme perusnäytettä kokoomanäytettä varten. Erän numero on merkittävä. Oliiviöljyn ja uutetun oliiviöljyn näytteenotosta säädetään tarkemmin komission asetuksessa (EY) N:o 1989/2003⁽¹⁾.

Muiden tuotteiden osalta on erästä otettavien osanäytteiden vähimmäislukumäärän oltava taulukossa 1 annetun mukainen. Perusnäytteiden on oltava samanpainoisia, kukin vähintään 100 g, ja niistä muodostettavan kokoomanäytteen on oltava vähintään 300 g (katso 3.5 kohta).

TAULUKKO 1

Tutkittavasta erästä otettavien perusnäytteiden vähimmäismäärä

Erän paino (kg)	Perusnäytteiden vähimmäismäärä
< 50	3
50–500	5
> 500	10

Jos erä koostuu erillisistä pakkauksista, kokoomanäytteen muodostamiseksi otettavien pakkausten lukumäärä annetaan taulukossa 2.

TAULUKKO 2

Kokoomanäytteen muodostamiseksi otettavien pakkauksien (perusnäytteiden) lukumäärä, jos erä koostuu erillisistä pakkauksista

Pakkausten tai yksiköiden lukumäärä erässä tai osakerässä	Näytteeksi otettavien pakkausten tai yksiköiden vähimmäislukumäärä
1–25	1 pakkaus tai yksikkö
26–100	noin 5 %, vähintään 2 pakkausta tai yksikköä
> 100	noin 10 %, vähintään 10 pakkausta tai yksikköä

4.2 Näytteenotto vähittäismyyntivaiheessa

Elintarvikkeista olisi vähittäismyyntivaiheessa mahdollisuuksien mukaan otettava näytteet edellä olevien säännösten mukaan. Jos tämä ei ole mahdollista, vähittäismyyntivaiheessa voidaan käyttää muita tehokkaita näytteenottomenetelyitä sillä edellytyksellä, että niillä varmistetaan tutkittavan erän riittävä edustavuus.

5. Erän tai osarän säännöstenmukaisuus

Tarkastuslaboratorio tekee laboratorionäytteestä valvontatoimenpiteitä varten kaksoismäärityksen tapauksissa, joissa ensimmäisen määrityksen tulos on alle 20 prosenttia enemmän tai vähemmän kuin enimmäismäärä, ja laskee tällöin tulosten keskiarvon.

Erä hyväksytään, jos ensimmäisen määrityksen tulos tai tarvittaessa kaksoismäärityksen keskiarvo on asetuksessa (EY) N:o 466/2001 vahvistetun vastaavan enimmäismäärän mukainen, kun otetaan huomioon mittausepävarmuus ja korjaus saannon suhteen.

Erä ei ole asetuksessa (EY) N:o 466/2001 vahvistetun enimmäismäärän mukainen, jos ensimmäisen määrityksen tulos tai tarvittaessa kaksoismäärityksen keskiarvo ylittää enimmäismäärän selvästi, kun otetaan huomioon mittausepävarmuus ja korjaus saannon suhteen.

⁽¹⁾ EUVL L 295, 13.11.2003, s. 57.

LIITE II

NÄYTTEIDEN VALMISTUS JA VAATIMUKSET, JOTKA ELINTARVIKKEIDEN BENTSO(A)PYREENI-PITOISUUDEN VIRALLISESSA TARKASTUKSESSA KÄYTETTYJEN MÄÄRITYSMENETELMIEN ON TÄYTETTÄVÄ

1. Varotoimenpiteet ja bentso(a)pyreeniä koskevia yleisiä seikkoja

Perusvaatimuksena on, että erästä saadaan edustava ja homogeeninen laboratorionäyte aiheuttamatta sekundaarista kontaminaatiota.

Määrityksentekijän olisi varmistettava, että näytteet eivät kontaminoidu niiden valmistamisen aikana. Kontaminaation riskin minimoimiseksi astiat olisi huuhteltava erittäin puhtaalla asetonilla tai heksaanilla (p.A., HPLC, tai vastaava). Näytteen kanssa kosketuksiin joutuvan laitteen tulisi aina kun se on mahdollista olla inertistä materiaalista kuten alumiinista, lasista tai kiillotetusta ruostumattomasta teräksestä valmistettu. Sellaisia muoveja kuten polypropyleniä, PTFE:ää tms. olisi vältettävä, koska määritettävä aine voi imeytyä niihin.

Laboratorioon toimitettu näyte on käytettävä kokonaisuudessaan tutkittavan näytteen valmistukseen. Vain tarkoin homogenoitu näyte antaa toistettavia tuloksia.

Käytettävissä on useita hyväksyttäviä näytteen valmistusmenetelmiä.

2. Laboratorioon toimitetun näytteen käsittely

Kokoomanäyte jauhetaan (tarvittaessa) kokonaan hienoksi ja sekoitetaan huolellisesti käyttäen menetelmää, jonka on osoitettu homogenoivan näytteen täydellisesti.

3. Näytteiden jakaminen valvonta- ja oikeustoimia varten

Valvontatoimenpiteisiin, kaupankäyntiin tai kiistojen ratkaisumenettelyihin tarkoitetut näytteet on otettava homogenoituista laboratorionäytteistä, jos tällainen menettely on kyseisessä jäsenvaltiossa voimassa olevien lakien mukainen.

4. Laboratorioilta edellytettävät määrittämenetelmät ja laadunvalvonta

4.1 Määrittelmät

Tavallisimmin käytetyt määrittelmät, joita laboratorion vaaditaan käyttävän ovat seuraavat:

$r =$ Toistettavuuden arvo: arvo, jonka alapuolella toistettavissa olosuhteissa (sama näyte, sama määrittäjä, samat laitteet, sama laboratorio ja lyhyt aikaväli) saadun kahden yksittäisen testituloksen välinen absoluuttinen ero sijaitsee tietyllä todennäköisyydellä (yleensä 95 %), eli $r = 2,8 \times s_r$.

$s_r =$ Toistettavissa olosuhteissa saaduista tuloksista laskettu standardipoikkeama.

$RSD_r =$ Toistettavissa olosuhteissa saaduista tuloksista laskettu suhteellinen standardipoikkeama $[(s_r/\bar{x}) \times 100]$.

$R =$ Uusittavuuden arvo, jonka alapuolella uusittavissa olosuhteissa (määrittäjien saamat identtiset näytteet eri laboratorioissa, käyttäen samaa standardimenetelmää) saatujen yksittäisten testitulosten välinen absoluuttinen ero sijaitsee tietyllä todennäköisyydellä (yleensä 95 %), eli $R = 2,8 \times s_R$.

$s_R =$ Uusittavissa olosuhteissa saaduista tuloksista laskettu standardipoikkeama.

$RSD_R =$ Uusittavissa olosuhteissa saaduista tuloksista laskettu suhteellinen standardipoikkeama $[(s_R/\bar{x}) \times 100]$, jossa \bar{x} on kaikkien laboratorioiden ja kaikkien näytteiden keskiarvo.

$HORRAT_r =$ Todettu RSD_r jaettuna RSD_r -arvolla, joka on estimoitu Horwitzin yhtälöstä (viite 1) oletusta $r = 0,66R$ käyttäen.

$HORRAT_R =$ Todettu RSD_R jaettuna Horwitzin yhtälöstä lasketulla RSD_R -arvolla.

$U =$ Laajennettu epävarmuus, jossa käytetään kattavuuskerrointa 2, jolloin luotettavuustaso on noin 95 %.

4.2 Yleiset vaatimukset

Elintarvikkeiden tarkastuksessa käytettyjen määrittämenetelmien on vastattava neuvoston direktiivin 85/591/ETY liitteessä olevan 1 ja 2 kohdan säännöksiä.

4.3 Erityiset vaatimukset

Jos yhteisössä ei ole säädetty erityisestä menetelmästä bentso(a)pyreenin määrittämiseksi elintarvikkeissa, laboratoriot voivat käyttää valitsemaansa validoitua menetelmää sillä edellytyksellä, että se vastaa taulukossa esitettyjä laatu- ja luotusperusteita. Ihanteellista olisi, jos validointiin sisältyisi sertifioituja vertailumateriaaleja.

TAULUKKO

Bentso(a)pyreenin määrittäksen laatu- ja luotusperusteet

Muuttuja	Arvo/Kommentti
Sovellettavuus	Asetuksessa (EY) N:o .../2005 mainitut elintarvikkeet
Päätösraja	Enintään 0,3 µg/kg
Kvantifiointiraja	Enintään 0,9 µg/kg
Mittaustarkkuus	HORRAT _r - ja HORRAT _R -arvot pienemmät kuin 1,5 validoinnissa käytetyssä monilaboratoriotestauksessa
Saanto	50 %–120 %
Spesifisyys	Ei väliaineesta aiheutuvia tai spektihäiriöitä, positiivisen toteamisen varmentaminen

4.3.1 Laatu- ja luotusperusteet – epävarmuuteen perustuva toimintatapa

Miös epävarmuuteen perustuvaa toimintatapaa voidaan käyttää arvioitaessa laboratoriossa käytettävää analyysimenetelmää. Laboratorio voi käyttää menetelmää, jolla saadut tulokset ovat standardiepävarmuuden enimmäisarvon sisäpuolella. Standardiepävarmuuden enimmäisarvo saadaan seuraavasta kaavasta:

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

jossa

U_f on standardiepävarmuuden enimmäisarvo

LOD on menetelmän toteamisraja

C on merkittävä pitoisuus.

Jos analyttinen menetelmä antaa tuloksia, joiden mittausepävarmuus on pienempi kuin standardiepävarmuuden enimmäisarvo, menetelmä on yhtä sopiva kuin menetelmä, joka vastaa taulukossa annettuja menetelmän laatu- ja luotusperusteita.

4.4 Saannon laskeminen ja tulosten raportointi

Määrittystulos raportoidaan saannon osalta korjattuna tai korjaamattomana. Raportointitapa ja saantoprosentti on ilmoitettava. Saannon suhteen korjattua määrittystulosta käytetään säännöstenmukaisuuden tarkistamiseen (ks. liite I, kohta 5).

Määrittäksentekijän olisi otettava huomioon Euroopan komission laatima raportti määrittäytuloksen, mittaukseen liittyvien epävarmuustekijöiden, saantokertoimien ja EU:n elintarvikelainsäädännön säännösten välisestä suhteesta (viite 2).

Määrittystulos raportoidaan muodossa $x \pm U$ jossa x on määrittäytulos ja U on mittausepävarmuus.

4.5 Laboratorioiden laatuvaatimukset

Laboratorioiden on täytettävä direktiivin 93/99/ETY vaatimukset.

4.6 Muut määrittäksessä huomioon otettavat seikat

Pätevyyden testaaminen

Laboratorio voi osallistua asianmukaisiin pätevydentestausohjelmiin, jotka noudattavat IUPAC:n, ISON ja AOAC:n puiteissa kehitettyä protokollaa laboratorioiden testaamisesta, "International Harmonised Protocol for the Proficiency Testing of (Chemical) Analytical Laboratories" (viite 3).

Sisäinen laadunvalvonta

Laboratorioiden on osoitettava, että niillä on käytössä sisäiset laadunvalvontamenettelyt. Esimerkkejä näistä ovat ISON, AOAC:n ja IUPAC:n sisäiset laadunvalvontaohjeet laboratorioille, "ISO/AOAC/IUPAC Guidelines on Internal Quality Control in Analytical Chemistry Laboratories" (viite 4).

KIRJALLISUUSVIITTEET

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, toim. 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, toim. M Thompson and R Wood, *Pure Appl. Chem.*, 1995, 67, 649–666.
-