

**KOMISIJOS DIREKTYVA 2005/10/EB****2005 m. vasario 4 d.****nustatanti ėminių ėmimo ir analizės metodus, skirtus oficialiai benzo(a)pireno kiekio kontrolei maisto produktuose****(Tekstas svarbus EEE)**

EUROPOS BENDRIJŲ KOMISIJA,

PRIĖMĖ ŠIĄ DIREKTYVĄ:

Atsižvelgdama į Europos bendrijos steigimo sutartį,

*1 straipsnis*

Atsižvelgdama į 1985 m. gruodžio 20 d. Tarybos direktyvą 85/591/EEB dėl Bendrijos bandinių ėmimo ir analizės metodų įvedimo vykdant žmonėms vartoti skirtų maisto produktų monitoringą<sup>(1)</sup>, ypač į jos 1 straipsnį,

Valstybės narės imasi visų būtinų priemonių siekdamos užtikrinti, kad oficialiai kontrolei skirtų ėminių ėmimas benzo(a)pireno kiekiui maisto produktuose nustatyti būtų atliekamas vadovaujantis šios direktyvos I priede nurodytais metodais.

kadangi:

*2 straipsnis*

(1) 2001 m. kovo 8 d. Komisijos reglamentas (EB) Nr. 466/2001, nustatantis didžiausius leistinus tam tikrų teršalų maisto produktuose kiekius<sup>(2)</sup>, nustato didžiausius benzo(a)pireno kiekius ir nurodo priemones, nustatančias taikytinus ėminių ėmimo ir analizės metodus.

Valstybės narės imasi visų būtinų priemonių siekdamos užtikrinti, kad ėminių paruošimas ir analizės metodai, skirti benzo(a)pireno kiekio maisto produktuose oficialiai kontrolei, atitiktų šios direktyvos II priede pateiktus reikalavimus.

(2) 1993 m. spalio 29 d. Tarybos direktyva 93/99/EEB dėl papildomų oficialios maisto produktų kontrolės priemonių<sup>(3)</sup> įveda kokybės standartų sistemą laboratorijoms, kurioms valstybės narės pavedė vykdyti oficialią maisto produktų kontrolę.

*3 straipsnis*

Valstybės narės šiai direktyvai įgyvendinti būtinus įstatymus ir kitus teisės aktus priima per 12 mėn. nuo jos paskelbimo. Jos nedelsdamos pateikia Komisijai nuostatų tekstus ir šių nuostatų ir šios direktyvos koreliacijos lentelę.

(3) Atrodo, kad yra būtina nustatyti bendruosius kriterijus, su kuriais turi būti suderintas analizės metodas, siekiant užtikrinti, kad už kontrolę atsakingos laboratorijos naudotųsi analizės metodais, kurių veiksmingumo lygis yra panašus. Taip pat labai svarbu, kad analizės rezultatai būtų registruojami ir aiškinami vienodai siekiant užtikrinti suderintą vykdymo būdą. Šios aiškinimo taisyklės yra taikytinos analizės rezultatui, gautam oficialiai kontrolei skirtu ėminiu. Atliekant analizę gynybos ar arbitražo tikslams, taikomos nacionalinės taisyklės.

Valstybės narės, priimdamos šias nuostatas, daro jose nuorodą į šią direktyvą, arba tokia nuoroda daroma jas oficialiai skelbiant. Nuorodos darymo tvarką nustato valstybės narės.

(4) Šioje direktyvoje numatytos priemonės atitinka Maisto grandinės ir gyvūnų sveikatos nuolatinio komiteto nuomonę,

*4 straipsnis*

Ši direktyva įsigalioja dvidešimtą dieną po jos paskelbimo *Europos Sąjungos oficialiajame leidinyje*.

Ši direktyva skirta valstybėms narėms.

Priimta Briuselyje, 2005 m. vasario 4 d.

*Komisijos vardu*  
Markos KYPRIANOU  
*Komisijos narys*

<sup>(1)</sup> OL L 372, 1985 12 31, p. 50. Direktyva su pakeitimais, padarytais Europos Parlamento ir Tarybos reglamentu (EB) Nr. 1882/2003 (OL L 284, 2003 10 31, p. 1).

<sup>(2)</sup> OL L 77, 2001 3 16, p. 1. Reglamentas su paskutiniais pakeitimais, padarytais Reglamentu (EB) Nr. 208/2005 (žr. šio Oficialiojo leidinio p. 3).

<sup>(3)</sup> OL L 290, 1993 11 24, p. 14. Direktyva su pakeitimais, padarytais Reglamentu (EB) Nr. 1882/2003.

## I PRIEDAS

**ĖMINIŲ ĖMIMO METODAI, SKIRTI BENZO(A)PIRENO KIEKIO OFICIALIAI KONTROLEI MAISTO PRODUKTUOSE****1. Tikslas ir taikymo sritis**

Ėminiai, skirti benzo(a)pireno kiekiui maisto produktuose oficialiai nustatyti, imami vadovaujantis toliau nurodytais metodais. Tokiu būdu gauti jungtiniai ėminiai laikomi tipinėmis partijomis. Atitiktis Reglamente (EB) Nr. 466/2001 nustatytiems didžiausiems kiekiams nustatoma remiantis laboratoriniuose ėminiuose nustatytais kiekiais.

**2. Sąvokos**

„Siunta“ – tai identifikuojamas kiekis vienu metu pristatytų maisto produktų, turinčių, kaip nustato pareigūnas, bendrų savybių, pvz., vienodą kilmę, rūšį, pakuotės tipą, tą patį pakuotoją, siuntėją arba vienodus žymenis.

„Siuntos dalis“ – tai nustatyta siuntos dalis, kuriai turi būti taikomas ėminių ėmimo metodas. Kiekviena siuntos dalis privalo būti fiziškai atskira ir identifikuojama.

„Pavienis ėminys“ – tai medžiagos, paimtos iš siuntos arba siuntos dalies vienos vietos, kiekis.

„Jungtinis ėminys“ – visų siuntos arba siuntos dalies pavienių ėminių suminis kiekis.

„Laboratorinis ėminys“ – laboratorijoms skirtas ėminys.

**3. Bendrosios nuostatos****3.1. Personalas**

Ėminius ima valstybės narės įgaliotas nurodytas asmuo.

**3.2. Medžiaga, iš kurios imami ėminiai**

Ėminiai iš kiekvienos siuntos, kuri turi būti tikrinama, privalo būti imami atskirai.

**3.3. Būtinios atsargumo priemonės**

Imant ir ruošiant ėminius, būtina imtis atsargumo priemonių, kad būtų išvengta bet kokių pokyčių, kurie turėtų poveikio benzo(a)pireno kiekiui, neigiamai atsilieptų analitiniam nustatymui arba dėl kurių jungtiniai ėminiai prarastų savo tipiškumą.

**3.4. Pavieniai ėminiai**

Pavieniai ėminiai turėtų būti imami kiek įmanoma įvairesnėse siuntos arba siuntos dalių vietose. Nukrypimai nuo šios metodikos turi būti surašyti ataskaitoje.

**3.5. Jungtinio ėminio ruošimas**

Jungtinis ėminys sudaromas sujungus visus pavienius ėminius. Šis jungtinis ėminys homogenizuojamas laboratorijoje, nebent tai trukdytų įgyvendinti 3.6 punktą.

**3.6. Pakartotiniai laboratoriniai ėminiai**

Pakartotiniai laboratoriniai ėminiai, imami vykdymo, prekybos (gynybos) ir arbitražo tikslams, turi būti imami iš homogenizuoto laboratorinio ėminio, jei tai neprieštaruja valstybių narių ėminių ėmimo taisyklėms.

**3.7. Ėminių įpakavimas ir perdavimas**

Kiekvienas ėminys dedamas į svarią, iš inertiškos medžiagos pagamintą talpyklą, tinkamai apsaugančią nuo užteršimo ir pakenkimo vežant. Reikia laikytis visų atsargumo priemonių, kad laikant arba vežant ėminį nepakistų jo sudėtis.

**3.8. Ėminių plombavimas ir ženklavimas**

Kiekvienas oficialiai kontrolei paimtas ėminys plombuojamas jo ėmimo vietoje ir ženklinamas laikantis valstybių narių taisyklių.

Kiekvieną kart imant ėminį jis užregistruojamas, o tai leidžia vienareikšmiškai nustatyti siuntos tapatybę, ir nurodoma ėminio paėmimo data bei vieta ir kita informacija, galinti padėti laborantui chemikui.

#### 4. Ėminių ėmimo planai

Taikomas ėminių ėmimo metodas užtikrina, kad jungtinis ėminys reprezentuotų tikrinamąją siuntą.

##### 4.1. Pavienių ėminių skaičius

Dėl aliejų, kurių atžvilgiu galima daryti prielaidą, kad konkrečioje siuntoje benzo(a)pirenas yra pasiskirstęs homogeniškai, pakanka iš vienos siuntos paimti tris pavienius ėminius tam, kad būtų sudarytas jungtinis ėminys. Turi būti nurodomas siuntos numeris. Alyvuogių ir maišytam alyvų išspaudų aliejui – papildoma informacija apie ėminių ėmimą pateikiama Reglamente (EB) Nr. 1989/2003 <sup>(1)</sup>.

Dėl kitų maisto produktų – mažiausias pavienių ėminių skaičius, kurį reikia paimti iš siuntos, pateikiamas 1 lentelėje. Pavieniai ėminiai turi būti panašios masės, kiekvienas ne mažesnis kaip 100 g, iš kurių sudaromas ne mažesnis kaip 300 g jungtinis ėminys (žr. 3.5 punktą).

1 LENTELĖ

#### Mažiausias pavienių ėminių skaičius, kurį reikia paimti iš siuntos

Siuntos masė (kg)	Mažiausias imtinų pavienių ėminių skaičius
< 50	3
50–500	5
> 500	10

Jei siuntą sudaro atskiri paketai, tai paketų skaičius, kuriuos reikia paimti norint sudaryti jungtinį ėminį, pateikiamas 2 lentelėje.

2 LENTELĖ

#### Paketų skaičius (pavieniai ėminiai), kuriuos reikia imti norint sudaryti jungtinį ėminį

Siuntos ar siuntos dalies paketų ar vienetų skaičius	Imtinų paketų ar vienetų skaičius
1–25	1 paketas ar vienetas
26–100	Apie 5 %, bent 2 paketai ar vienetai
> 100	Apie 5 %, daugiausia 10 paketų ar vienetų

##### 4.2. Ėminių ėmimas mažmeninės prekybos tarpsniu

Jei įmanoma, maisto produktų ėminių ėmimas mažmeninės prekybos tarpsniu turėtų būti vykdomas laikantis pirmiau nurodytų ėminių ėmimo nuostatų. Jei tai neįmanoma, mažmeninės prekybos tarpsniu galima taikyti kitas veiksmingas ėminių ėmimo metodikas, jei jos užtikrina pakankamą ėminių ir siuntos, iš kurios imami ėminiai, reprezentatyvumą.

#### 5. Siuntos ar siuntos dalies atitiktis specifikacijai

Kontrolės laboratorija tiria laboratorinį ėminį vykdymui atlikdama dvi kartotines analizes tais atvejais, kai pirmosios analizės rezultatas yra 20 % didesnis ar mažesnis už didžiausią lygį, ir tuo atveju apskaičiuoja rezultatų vidurkį.

Siunta priimama, jei pirmosios analizės rezultatas ar, jei būtina kartotinė analizė, – abiejų analizių rezultatų vidurkis neviršija atitinkamo didžiausio kiekio (kaip nurodyta Reglamente (EB) Nr. 466/2001) atsižvelgiant į matavimo neapibrėžtį ir regeneravimo pataisą.

Siunta neatitinka didžiausio kiekio reikalavimo (kaip nurodyta Reglamente (EB) 466/2001), jei pirmosios analizės rezultatas ar, jei būtina kartotinė analizė, – abiejų analizių rezultatų vidurkis neabejotinai viršija didžiausią kiekį atsižvelgiant į matavimo neapibrėžtį ir regeneravimo pataisą.

<sup>(1)</sup> OL L 295, 2003 11 13, p. 57.

## II PRIEDAS

**ĖMINIŲ RUOŠIMAS IR ANALIZĖS METODŲ, TAIKOMŲ ATLIEKANT OFICIALIĄ BENZO(A)PIRENO KIEKIO MAISTO PRODUKTUOSE KONTROLĖ, PARINKIMO KRITERIJAI****1. Apsaugumo priemonės ir bendrosios nuostatos dėl benzo(a)pireno maisto produktų ėminiuose**

Pagrindinis reikalavimas – gauti tipinį ir homogenišką laboratorinį ėminį nesukeliant antrinio užteršimo.

Laborantas chemikas turėtų užtikrinti, kad ėminiai juos ruošiant nebūtų užteršti. Norint sumažinti užteršimo riziką, prieš naudojant talpyklos turėtų būti praplaunamos didelio grynumo acetonu arba heksanu (p.A., HPLC markės ar lygiaverčiu). Jei įmanoma, su ėminiu besiliečianti įranga turėtų būti pagaminta iš inertiškų medžiagų, pvz., aliuminio, stiklo ar poliruoto nerūdijančio plieno. Reiktų vengti plastikų, pvz., polipropeno, PTFE ir kt., nes analizė gali adsorbuotis šiose medžiagose.

Ruošiant bandomąją medžiagą turi būti panaudojama visa laboratorijos gauta ėminių medžiaga. Atkurtinus rezultatus galima gauti tik iš smulkiai homogenizuotų ėminių.

Egzistuoja daug gerų konkrečių ėminių ruošimo procedūrų, kurios gali būti panaudotos.

**2. Laboratorijoje gauto ėminio apdorojimas**

Smulkiai sumalamas (kai tinka) ir gerai išmaišomas visas jungtinis ėminys, taikant procesą, kuris, kaip įrodyta, leidžia ėminį visiškai homogenizuoti.

**3. Ėminių padalijimas vykdymo ir gynybos tikslams**

Pakartotiniai ėminiai vykdymo, prekybos (gynybos) ir arbitražo tikslams turi būti imami iš homogenizuoto ėminio, jei tai neprieštarauja valstybių narių ėminių ėmimo taisyklėms.

**4. Analizės metodai, kuriuos turi taikyti laboratorija, ir laboratorijos kontrolės reikalavimai****4.1. Sąvokos**

Toliau pateikiama keletas dažniausiai vartojamų sąvokų apibrėžimų, kuriuos turės naudoti laboratorija:

$r =$  Pakartojamumas – tai tokia vertė, kad su tam tikra tikimybe (paprastai 95 %) galima tikėtis, kad dviejų vieno bandymo rezultatų, gautų pakartojamumo sąlygomis (t. y. tas pats ėminys, tas pats operatorius, ta pati aparatūra, ta pati laboratorija ir trumpas laiko tarpas), absoliutusis skirtumas bus už ją mažesnis; taigi  $r = 2,8 \times s_r$ .

$s_r =$  Standartinis nuokrypis, apskaičiuojamas pagal rezultatus, gautus pakartojamumo sąlygomis.

$RSD_r =$  Santykinis standartinis nuokrypis, apskaičiuotas pagal rezultatus, gautus pakartojamumo sąlygomis  $[(s_r/\bar{x}) \times 100]$ .

$R =$  Atkuriamumas – tai tokia vertė, kad su tam tikra tikimybe (paprastai 95 %) galima tikėtis, kad atskirų bandymo rezultatų, gautų atkuriamumo sąlygomis (t. y. kurį tai pačiai medžiagai gavo skirtingų laboratorijų operatoriai, taikantys standartizuotą bandymų metodą), absoliutusis skirtumas būtų už ją mažesnis;  $R = 2,8 \times s_R$ .

$s_R =$  Standartinis nuokrypis, apskaičiuojamas pagal rezultatus, gautus atkuriamumo sąlygomis.

$RSD_R =$  Santykinis standartinis nuokrypis, apskaičiuotas pagal rezultatus, gautus atkuriamumo sąlygomis  $[(s_R/\bar{x}) \times 100]$ , čia  $\bar{x}$  – visų laboratorijų ir ėminių rezultatų vidurkis.

$HORRAT_r =$  gautasis  $RSD_r$  padalytas iš  $RSD_r$  vertės, nustatomos iš Horwitz'o lygties (1) darant prielaidą, kad  $r = 0,66R$ .

$HORRAT_R =$  gautoji  $RSD_R$  vertė, padalyta iš  $RSD_R$  vertės, apskaičiuotos pagal Horwitz'o lygtį.

$U =$  išplėstinė neapibrėžtis, naudojant dengimo koeficientą 2, dėl kurio susidaro apie 95 % patikimumo lygis.

4.2. *Bendrieji reikalavimai*

Maisto produktų kontrolės tikslams naudojami analizės metodai privalo atitikti Tarybos direktyvos 85/591/EEB priedo 1 ir 2 punktų reikalavimus.

4.3. *Specialieji reikalavimai*

Jei Bendrijos mastu nėra nurodyti specialieji metodai benzo(a)pirenui maisto produktuose nustatyti, laboratorijos gali pasirinkti bet kurį patvirtintą metodą, jei pasirinktas metodas atitinka lentelėje nurodytus efektyvumo kriterijus. Geriausia būtų, kad patvirtinimas apimtų sertifikuotą etaloninę medžiagą.

## LENTELĖ

**Benzo(a)pireno analizės metodų efektyvumo kriterijai**

Parametras	Vertė/Pastaba
Taikymas	Reglamente (EB) Nr. .../2005 nurodytas maistas
Nustatymo riba	Ne daugiau kaip 0,3 µg/kg
Kiekybinio nustatymo riba	Ne daugiau kaip 0,9 µg/kg
Preciziškumas	HORRAT <sub>r</sub> ar HORRAT <sub>R</sub> vertės, mažesnės kaip 1,5, atliekant tinkamumo patvirtinimo tarplaboratorinį bandymą
Regeneravimas	50 %–120 %
Specifiškumas	Be matricos ar spektrinių trukdžių, teigiamo nustatymo patvirtinimas

4.3.1. *Efektyvumo kriterijai – neapibrėžties funkcijos metodas*

Tačiau siekiant įvertinti laboratorijoje naudotino analizės metodo tinkamumą, taip pat gali būti panaudotas neapibrėžties metodas. Laboratorija gali panaudoti metodą, kurio rezultatai bus gauti didžiausios standartinės neapibrėžties ribose. Didžiausią standartinę neapibrėžtį galima apskaičiuoti taikant šią formulę:

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

čia:

$Uf$  yra didžiausia standartinė neapibrėžtis

$LOD$  – metodo nustatymo riba

$C$  – dominanti koncentracija

Jei analizės metodo rezultato neapibrėžties matavimai yra mažesni nei didžiausia standartinė neapibrėžtis, šis metodas taip pat bus vienodai tinkamas, kaip ir metodas, kurio darbiniai parametrai pateikti lentelėje.

4.4. *Regeneravimo apskaičiavimas ir rezultatų registravimas*

Analizės rezultatas registruojamas su regeneravimo pataisa arba be jos. Ataskaitoje turi būti nurodytas registravimo būdas ir regeneravimo faktorius. Analizės rezultatas su regeneravimo pataisa naudojamas atitinkamai patikrinti (žr. I priedo 5 punktą).

Laborantas chemikas turėtų atkreipti dėmesį į „Europos Komisijos ataskaitą dėl analizės rezultatų, neapibrėžties matavimo, regeneravimo koeficiento ir ES maisto produktų srities teisės aktų ryšių“ (2).

Analizės rezultatas turi būti registruojamas kaip  $x \pm U$ , čia  $x$  yra analizės rezultatas,  $U$  – matavimo neapibrėžtis.

4.5. *Laboratorių kokybės standartai*

Laboratorijos privalo laikytis Direktyvos 93/99/EEB nuostatų.

4.6. *Kitos analizei skirtos nuostatos*

Kvalifikacijos tikrinimas

Dalyvavimas atitinkamose kvalifikacijos tikrinimo programose, atitinkančiose „Tarptautinį suderintą protokolą, skirtą (cheminių) analizinių laboratorijų kvalifikacijos tikrinimui“ (3), parengtą remiant IUPAC/ISO/AOAC.

Vidaus kokybės kontrolė

Laboratorijos turėtų galėti įrodyti, kad jos yra parengusios tinkamas vidaus kokybės kontrolės procedūras. Pavyzdžiui, „ISO/AOAC/IUPAC vidaus kokybės kontrolės gairės analizinėse cheminėse laboratorijose“ (5).

## NUORODOS

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 (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.
-