

**KOMISIJAS DIREKTĪVA 2005/10/EK****(2005. gada 4. februāris),****ar ko nosaka paraugu ņemšanas metodes un analīzes metodes, lai oficiāli kontrolētu benzopirēna saturu pārtikas produktos****(Dokuments attiecas uz EEZ)**

EIROPAS KOPIENU KOMISIJA,

IR PIEŅĒMUSI ŠO DIREKTĪVU.

ņemot vērā Eiropas Kopienas dibināšanas līgumu,

*1. pants*

ņemot vērā Padomes 1985. gada 20. decembra Direktīvu 85/591/EEK par Kopienas metožu ieviešanu attiecībā uz paraugu ņemšanu un analīzi cilvēku uzturā lietojamo pārtikas produktu kontrolei<sup>(1)</sup>, un jo īpaši tās 1. pantu,

Dalībvalstis veic visus pasākumus, kas vajadzīgi, lai nodrošinātu to, ka paraugus benzopirēna satura noteikšanai pārtikas produktos ņem saskaņā ar metodēm, kas aprakstītas šīs direktīvas I pielikumā.

tā kā:

*2. pants*

(1) Komisijas 2001. gada 8. marta Regulā (EK) Nr. 466/2001, ar ko nosaka atsevišķu piesārņotāju maksimālos pieļaujamos līmeņus pārtikas produktos<sup>(2)</sup>, ir noteikts maksimālais pieļaujamais benzopirēna līmenis un norādīti pasākumi, kas veicami, lai noteiktu izmantojamās paraugu ņemšanas un analīzes metodes.

Dalībvalstis veic visus pasākumus, kas vajadzīgi, lai nodrošinātu to, ka paraugu sagatavošanas un analīzes metodes, ko izmanto, lai oficiāli kontrolētu benzopirēna koncentrāciju pārtikas produktos, atbilst kritērijiem, kuri aprakstīti šīs direktīvas II pielikumā.

(2) Ar Padomes 1993. gada 29. oktobra Direktīvu 93/99/EEK par papildu pasākumiem attiecībā uz pārtikas produktu oficiālo pārbaudi<sup>(3)</sup> ir ieviesta kvalitātes standartu sistēma, kura attiecas uz tām laboratorijām, ko dalībvalstis pilnvarojušas veikt pārtikas produktu oficiālo kontroli.

*3. pants*

Dalībvalstīs stājas spēkā normatīvi un administratīvi akti, kas ir vajadzīgi, lai izpildītu šīs direktīvas prasības 12 mēnešu laikā pēc tās publicēšanas. Dalībvalstis tūlīt dara Komisijai zināmus minēto aktu tekstus, kā arī minēto aktu un šīs direktīvas korelācijas tabulu.

(3) Būtu jāparedz vispārīgi analīzes metodes atbilstības kritēriji, lai nodrošinātu to, ka laboratorijās, kurās veic pārbaudes, izmanto tādas analīzes metodes, kuru efektivitāte ir salīdzināma. Ir arī ļoti svarīgi analīžu rezultātus izziņot un interpretēt vienotā veidā, lai nodrošinātu saskaņotu pieeju to piemērošanai. Šos interpretācijas noteikumus paredzēts piemērot analīžu rezultātiem, kas iegūti par oficiālajai kontrolei ņemtajiem paraugiem. Analīzēm, kas vajadzīgas aizstāvības vai arbitražas vajadzībām, piemēro attiecīgās valsts tiesību normas.

Kad dalībvalstis pieņem minētos noteikumus, tajos ietver atsauci uz šo direktīvu vai arī šādu atsauci pievieno to oficiālai publikācijai. Dalībvalstis nosaka, kā izdarāma šāda atsauce.

(4) Šajā direktīvā paredzētie pasākumi ir saskaņā ar Pastāvīgās pārtikas aprites un dzīvnieku veselības komitejas atzinumu,

*4. pants*

Šī direktīva stājas spēkā divdesmitajā dienā pēc tās publicēšanas *Eiropas Savienības Oficiālajā Vēstnesī*.

Šī direktīva ir adresēta dalībvalstīm.

Briselē, 2005. gada 4. februārī

*Komisijas vārdā —*  
*Komisijas loceklis*  
Markos KYPRIANOU

<sup>(1)</sup> OV L 372, 31.12.1985., 50. lpp. Direktīvā grozījumi izdarīti ar Eiropas Parlamenta un Padomes Regulu (EK) Nr. 1882/2003 (OV L 284, 31.10.2003., 1. lpp.).

<sup>(2)</sup> OV L 77, 16.3.2001., 1. lpp. Regulā jaunākie grozījumi izdarīti ar Regulu (EK) Nr. 208/2005 (skat. šī Oficiālā Vēstneša 3 lpp.).

<sup>(3)</sup> OV L 290, 24.11.1993., 14. lpp. Direktīvā grozījumi izdarīti ar Regulu (EK) Nr. 1882/2003.

## I PIELIKUMS

## PARAUGU ŅEMŠANAS METODES BENZOPIRĒNA SATURA OFICIĀLAI KONTROLEI PĀRTIKAS PRODUKTOS

## 1. Mērķis un darbības joma

Paraugus benzopirēna satura oficiālajai kontrolei pārtikas produktos ņem saskaņā ar turpmāk aprakstītajām metodēm. Šādi iegūtus apvienotos paraugus uzskata par partijas raksturojošiem paraugiem. Atbilstību maksimāli pieļaujamam saturam, kas noteikts Komisijas Regulā (EK) Nr. 466/2001, nosaka, pamatojoties uz laboratorijas paraugos noteikto saturu.

## 2. Definīcijas

“Partija”: identificējams pārtikas preču daudzums, kas piegādāts vienā reizē un kam ir oficiāli noteikti kopīgi raksturlielumi, piemēram, izcelsme, šķirne, iepakojuma veids, iepakotājs, nosūtītājs vai marķējums.

“Apakšpartija”: partijas daļa, kas izraudzīta paraugu ņemšanai, izmantojot noteiktu paraugu ņemšanas metodi; katrai apakšpartijai jābūt fiziski nodalītai un identificējamai.

“Elementāraparugs”: tāda materiāla daudzums, kas ņemts kādā vienā partijas vai apakšpartijas vietā.

“Apvienotais paraugs”: visu no partijas vai apakšpartijas ņemto elementārapaugu kopums.

“Laboratorijas paraugs”: paraugs, kas paredzēts laboratorijai.

## 3. Vispārīgi noteikumi

## 3.1. Personāls

Paraugu ņemšanu saskaņā ar dalībvalstu norādījumiem veic pilnvarota persona.

## 3.2. Materiāls, no kā ņem paraugus

Paraugi no katras pārbaudāmās partijas jāņem atsevišķi.

## 3.3. Piesardzības pasākumi

Ņemot un sagatavojot paraugus, jāveic pasākumi, lai novērstu jebkuras izmaiņas, kas varētu ietekmēt benzopirēna saturu, nelabvēlīgi ietekmēt analītisko noteikšanu vai padarīt apvienotos paraugus par nereprezentatīviem.

## 3.4. Elementārapaugi

Paraugus ņem pēc iespējas dažādās partijas vai apakšpartijas vietās. Atkāpes no šīs procedūras jāreģistrē protokolā.

## 3.5. Apvienotā parauga sagatavošana

Apvienoto paraugu izveido, apvienojot visus elementārapaugus. Šo apvienoto paraugu homogenizē laboratorijā, ja vien tas nav nesavienojams ar 3.6. punkta noteikumu izpildi.

## 3.6. Paralēlie laboratorijas paraugi

Paralēlos laboratorijas paraugus, kas paredzēti ieviešanas pasākumiem, tirdzniecībai (aizstāvībai) un arbitražai, ņem no homogenizētā apvienotā parauga, ja tas nav pretrunā dalībvalstu noteikumiem par paraugu ņemšanu.

## 3.7. Paraugu iepakošana un pārsūtīšana

Katru paraugu liek tūrā inerta materiāla traukā, kas pārvadājot pietiekami pasargā no piesārņojuma un bojājumiem. Veic visus vajadzīgos pasākumus, lai novērstu jebkuras tādas izmaiņas parauga sastāvā, kas varētu rasties, to pārvadājot vai glabājot.

## 3.8. Paraugu plombēšana un marķēšana

Katru oficiālam lietojumam ņemtu paraugu plombē parauga ņemšanas vietā un identificē saskaņā ar attiecīgās dalībvalsts noteikumiem.

Par katru paraugu ņemšanu ir jāraksta protokols, nodrošinot to, ka katru partiju var nepārprotami identificēt, un norādot paraugu ņemšanas vietu un dienu, kā arī visu analīžu veicējiem noderīgo papildu informāciju.

#### 4. Paraugu ņemšanas plāni

Ar paraugu ņemšanas metodi nodrošina, ka apvienotais paraugs ir reprezentatīvs attiecībā uz pārbaudāmo partiju.

##### 4.1. Elementārparaugu skaits

No to eļļu partijas, par ko var uzskatīt, ka benzopirēns tajās ir izkliedēts vienmērīgi, apvienotajam paraugam var ņemt trīs elementārparaugus. Norāda partijas numuru. Attiecībā uz olīveļļu un olīvu izspaidu eļļu sīkāka informācija par paraugu ņemšanu sniegta Komisijas Regulā (EK) Nr. 1989/2003<sup>(1)</sup>.

Pārējiem produktiem obligātais elementārparaugu skaits, kas jāņem no vienas partijas, norādīts 1. tabulā. Visu elementārparaugu masa ir aptuveni vienāda, katram ne mazāka par 100 g, un tie veido apvienoto paraugu, kura masa nav mazāka par 300 g (skatīt 3.5. punktu).

1. TABULA

##### No partijas ņemamo elementārparaugu minimālais skaits

Partijas svars (kilogramos)	Minimālais elementārparaugu skaits, kas jāņem
< 50	3
no 50 līdz 500	5
> 500	10

Ja partija sastāv no atsevišķiem iepakojumiem, tad apvienotajam paraugam ņem tādu skaitu iepakojumu, kāds norādīts 2. tabulā.

2. TABULA

##### Iepakojumu (elementārparaugu) skaits, kas jāņem apvienotajam paraugam, ja partija sastāv no atsevišķiem iepakojumiem

Iepakojumu vai vienību skaits partijā vai apakšpartijā	Iepakojumu vai vienību skaits, kas jāņem
no 1 līdz 25	1 iepakojums vai vienība
no 26 līdz 100	Apmēram 5 %, vismaz 2 iepakojumi vai vienības
> 100	Apmēram 5 %, maksimāli 10 iepakojumi vai vienības

##### 4.2. Paraugu ņemšana mazumtirdzniecības posmā

Mazumtirdzniecības posmā pārtikas produktu paraugi pēc iespējas jāņem saskaņā ar iepriekšminētajiem paraugu ņemšanas noteikumiem. Ja tas nav iespējams, mazumtirdzniecības posmā var izmantot citas efektīvas paraugu ņemšanas procedūras, ja tās nodrošina partijai pietiekami reprezentatīvu paraugu iegūšanu.

#### 5. Partijas vai apakšpartijas atbilstība specifikācijai

Ja kontroles laboratorijā pirmajā analizē iegūtais rezultāts ir līdz 20% mazāks vai lielāks par maksimāli pieļaujamo līmeni, tad laboratorijas paraugu analizē atkārtoti un aprēķina vidējo rezultātu.

Partiju pieņem, ja pirmās analīzes rezultāts vai, ja vajadzīga atkārtota analīze, vidējais rezultāts nepārsniedz attiecīgo maksimāli pieļaujamo līmeni (kā noteikts Regulā (EK) Nr. 466/2001), ņemot vērā mērījumu neprecizitāti un atgūstamības korekciju.

Partija neatbilst maksimāli pieļaujamajam līmenim (kā noteikts Regulā (EK) Nr. 466/2001), ja tiek neapšaubāmi konstatēts, ka pirmās analīzes rezultāts vai, ja vajadzīga atkārtota analīze, vidējais rezultāts pārsniedz maksimāli pieļaujamo līmeni, ņemot vērā mērījumu neprecizitāti un atgūstamības korekciju.

<sup>(1)</sup> OV L 295, 13.11.2003., 57. lpp.

## II PIELIKUMS

## PARAUGA SAGATAVOŠANA UN KRITĒRIJI ANALĪZES METODĒM, KO IZMANTO BENZOPIRĒNA LĪMEŅA OFICIĀLAJAI PĀRBAUDEI PĀRTIKAS PRODUKTOS

1. **Piesardzības pasākumi un vispārīgi apsvērumi attiecībā uz benzopirēnu pārtikas paraugos**

Pamatprasība ir iegūt raksturīgu un homogēnu laboratorijas paraugu bez sekundārā piesārņojuma.

Analīžu veicējiem jānodrošina, ka paraugi netiek piesārņoti paraugu sagatavošanas gaitā. Lai mazinātu piesārņošanas risku, trauki pirms lietošanas ir jāskalo ar augstas tīrības pakāpes (p.A., HLPC vai līdzvērtīgas pakāpes) acetonu vai heksānu. Ja iespējams, ierīcēm, kas nonāk saskarē ar paraugu, jābūt izgatavotām no inertiem materiāliem, piemēram, alumīnija, stikla vai pulēta nerūsējošā tērauda. Jāizvairās lietot tādu plastmasu, kā polipropilēns, PTFE, utt., jo nosakāmā viela var adsorbēties uz šiem materiāliem.

Pārbaudāmā materiāla gatavošanā jāizmanto viss laboratorijā saņemtais parauga materiāls. Reproducējamus rezultātus nodrošina tikai precīzi homogonizēti paraugi.

Paraugu gatavošanai ir piemērotas daudzas specifiskas procedūras, ko var izmantot.

2. **Laboratorijā saņemtā parauga apstrāde**

Visu apvienoto paraugu smalki sasmalcina (ja tas ir vajadzīgs) un rūpīgi sajauc, izmantojot tādu procesu, par kuru ir pierādīts, ka tajā homogenizācija ir pilnīga.

3. **Paraugu dalīšana izpildes pasākumiem un aizstāvības darbībām**

Paralēlos laboratorijas paraugus, kas paredzēti ieviešanas pasākumiem, tirdzniecībai (aizstāvībai) un arbitrāžai, ņem no homogenizētā materiāla, ja tas nav pretrunā dalībvalstu noteikumiem par paraugu ņemšanu.

4. **Laboratorijā izmantojamā analīzes metode un laboratorijas kontrolprasības**4.1. *Definīcijas*

Turpmāk sniegtas dažas biežāk lietotajās definīcijas, kas jāievēro laboratorijā:

$r =$  Atkārtojamība ir vērtība, zem kuras absolūtā starpība starp 2 atsevišķiem pārbaudes rezultātiem, kas iegūti atkārtotības apstākļos (t.i., ar to pašu paraugu, to pašu iekārtu, tajā pašā laboratorijā un pēc īsa pārtraukuma), ir prognozējama dotās varbūtības robežās (parasti 95 %), un tāpēc  $r = 2,8 \times s_r$ .

$s_r =$  Standartnovirze, ko aprēķina pēc rezultātiem, kuri iegūti atkārtotības apstākļos.

$RSD_r =$  Relatīvā standartnovirze, ko aprēķina pēc rezultātiem, kuri iegūti atkārtotības apstākļos  $[(s_r/\bar{x}) \times 100]$ .

$R =$  Reproducējamība ir vērtība, zem kuras absolūtā starpība starp diviem atsevišķiem pārbaudes rezultātiem, kas iegūti reproducējamības apstākļos (t.i., iegūti dažādās laboratorijās no identiskas vielas, izmantojot standarta pārbaudes metodi), ir prognozējama konkrētas varbūtības robežās (parasti 95%);  $R = 2,8 \times s_R$ .

$s_R =$  Standartnovirze, ko aprēķina pēc rezultātiem, kuri iegūti reproducējamības apstākļos.

$RSD_R =$  Relatīvā standartnovirze, ko aprēķina pēc rezultātiem, kuri iegūti reproducējamības apstākļos  $[(s_R/\bar{x}) \times 100]$ , kur  $\bar{x}$  ir visās laboratorijās un no visiem paraugiem iegūto rezultātu vidējais.

$HORRAT_r =$  Aprēķinātā  $RSD_r$  vērtība dalīta ar  $RSD_r$  vērtību, kas aprēķināta no Horvica vienādojuma (1), izmantojot pieņēmumu  $r = 0,66R$ .

$HORRAT_R =$  Aprēķinātā  $RSD_R$  vērtība dalīta ar  $RSD_R$  vērtību, kas aprēķināta no Horvica vienādojuma.

$U =$  Paplašinātā nenoteiktība ar rezerves koeficientu 2, kas nodrošina apmēram 95 % ticamības līmeni.

4.2. *Vispārīgas prasības*

Analīzes metodēm, ko izmanto pārtikas kontroles nolūkos, jāatbilst Padomes Direktīvas 85/591/EEK pielikuma 1. un 2. punkta noteikumiem.

4.3. *Īpašas prasības*

Ja Kopienas līmenī nav paredzētas īpašas metodes benzopirēna noteikšanai pārtikas produktos, laboratorijas var izvēlēties jebkuru apstiprinātu metodi, ja vien tā atbilst izpildes kritērijiem, kas norādīti tabulā. Apstiprināšanā ideālā gadījumā būtu jāietver sertificēti standartmateriāli.

TABULA

**Benzopirēna analīzes metožu izpildes kritēriji**

Parametrs	Vērtība/komentārs
Piemērojamība	Pārtikas produkti, kas norādīti Regulā (EK) Nr. .../2003
Noteikšanas robeža	Ne vairāk kā 0,3 µg/kg
Kvantitatīvās noteikšanas robeža	Ne vairāk kā 0,9 µg/kg
Precizitāte	HORRAT <sub>r</sub> vai HORRAT <sub>R</sub> vērtības, kas kopējā pārbaudes izmēģinājumā ir mazākas nekā 1,5
Atgūstamība	50%–120%
Specifiskums	Bez saistvielas vai spektrālās interferences, pozitīvās konstatācijas verificēšana

4.3.1. *Izpildes kritēriji - nenoteiktības funkcijas pieeja*

Tomēr pieeju, kas balstās uz nenoteiktības novērtējumu, var arī izmantot, lai novērtētu to analīzes metožu piemērotību, ko izmanto laboratorija. Laboratorija var izmantot metodi, kas sniedz rezultātus maksimālās pieļaujamās standarta nenoteiktības robežās. Maksimālo pieļaujamo standarta nenoteiktību var aprēķināt, izmantojot šādu formulu:

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

kur:

$U_f$  ir maksimālā pieļaujamā standarta nenoteiktība

LOD ir metodes noteikšanas iespēju robeža

C ir interesējošā koncentrācija

Ja analītiska metode nodrošina rezultātu ar mērījumu neprecizitāti, kas ir mazāka nekā maksimāli pieļaujamā standarta nenoteiktība, metode ir vienlīdz atbilstoša kā tā, kas atbilst izpildes raksturlielumiem, kuri doti tabulā.

4.4. *Atgūstamības aprēķins un rezultātu paziņošana*

Analīzes rezultātu, koriģētu vai nekoriģētu, reģistrē atgūstamībai. Jāziņo par reģistrācijas veidu un atgūstamības līmeni. Analīžu rezultātus, kam piemērots atgūstamības korekcijas koeficients, izmanto, lai pārbaudītu atbilstību (skatīt I pielikuma 5. punktu).

Analīzes veicējam ir jāievēro "Eiropas Komisijas ziņojums par saistību starp analīžu rezultātiem, mērījumu neprecizitāti, atgūstamības koeficientiem un noteikumiem ES tiesību aktos, kas attiecas uz pārtiku" (2).

Analīzes rezultāts jāreģistrē kā  $x \pm U$ , kur  $x$  ir analīzes rezultāts un  $U$  ir mērījumu neprecizitāte.

4.5. *Laboratorijas kvalitātes standarti*

Laboratorijām jāatbilst Direktīvas 93/99/EEK noteikumiem.

4.6. *Citi apsvērumi analīzei*

Piemērotības pārbaude

Līdzdalība atbilstošās piemērotības pārbaudes shēmās, kas atbilst "Starptautiskajam saskaņotajam protokolam (ķīmisko) analītisko laboratoriju piemērotības pārbaudei" (3), kurš izstrādāts IUPAC/ISO/AOAC vadībā.

Iekšējā kvalitātes kontrole

Laboratorijām jāspēj parādīt, ka tajās ir noteiktas iekšējās kvalitātes kontroles procedūras. To piemēri ir "ISO/AOAC/IUPAC Pamatnostādnes par iekšējo kvalitātes kontroli analītiskās ķīmijas laboratorijās" (4).

## ATSAUCES

1. W Horwitz, "Evaluation of Analytical Methods for Regulation of Foods and Drugs", *Anal. Chem.*, 1982, 54, 67A - 76A.
  2. Eiropas Komisijas ziņojums par saistību starp analīžu rezultātiem, mērījumu neprecizitāti, atgūstamības koeficientiem un noteikumiem ES tiesību aktos, kas attiecas uz pārtiku, 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 (Publicēts arī 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.
-