

RICHTLIJN 2005/10/EG VAN DE COMMISSIE**van 4 februari 2005****tot vaststelling van bemonsteringswijzen en analysemethoden voor de officiële controle op de gehalten aan benzo(a)pyreen in levensmiddelen****(Voor de EER relevante tekst)**

DE COMMISSIE VAN DE EUROPESE GEMEENSCHAPPEN,

Gelet op het Verdrag tot oprichting van de Europese Gemeenschap,

Gelet op Richtlijn 85/591/EEG van de Raad van 20 december 1985 betreffende de invoering van communautaire bemonsteringswijzen en analysemethoden voor de controle van voor menselijke voeding bestemde levensmiddelen⁽¹⁾, en met name op artikel 1,

Overwegende hetgeen volgt:

- (1) Verordening (EG) nr. 466/2001 van de Commissie van 8 maart 2001 tot vaststelling van maximumgehalten aan bepaalde verontreinigingen in levensmiddelen⁽²⁾ stelt maximumgehalten voor benzo(a)pyreen vast en verwijst naar de maatregelen tot vaststelling van de te gebruiken bemonsteringswijzen en analysemethoden.
- (2) Bij Richtlijn 93/99/EEG van de Raad van 29 oktober 1993 betreffende aanvullende maatregelen inzake de officiële controle op levensmiddelen⁽³⁾ is een regeling ingesteld betreffende kwaliteitsnormen voor laboratoria die in opdracht van de lidstaten officiële controles op levensmiddelen verrichten.
- (3) Voor de analysemethoden moeten algemene criteria worden vastgesteld om te garanderen dat de met de controles belaste laboratoria analysemethoden van een vergelijkbaar niveau gebruiken. Ook is het met het oog op een geharmoniseerde handhaving van groot belang dat de analyseresultaten op uniforme wijze gerapporteerd en geïnterpreteerd worden. Deze interpretatievoorschriften gelden voor het analyseresultaat van het monster voor officiële controledoelinden. Op de analyse voor verhaal- en arbitragedoelinden zijn de nationale voorschriften van toepassing.
- (4) De in deze verordening vervatte maatregelen zijn in overeenstemming met het advies van het Permanent Comité voor de voedselketen en de diergezondheid,

HEEFT DE VOLGENDE RICHTLIJN VASTGESTELD:

Artikel 1

De lidstaten nemen de nodige maatregelen om ervoor te zorgen dat de bemonstering voor de officiële controle op de gehalten aan benzo(a)pyreen in levensmiddelen wordt uitgevoerd overeenkomstig de methoden van bijlage I bij deze richtlijn.

Artikel 2

De lidstaten nemen de nodige maatregelen om ervoor te zorgen dat de bereiding van de monsters en de analysemethoden voor de officiële controle op de gehalten aan benzo(a)pyreen in levensmiddelen voldoen aan de criteria van bijlage II bij deze richtlijn.

Artikel 3

De lidstaten doen de nodige wettelijke en bestuursrechtelijke bepalingen in werking treden om binnen 12 maanden na de bekendmaking daarvan aan deze richtlijn te voldoen. Zij delen de Commissie die bepalingen onverwijld mee, alsmede een transponeringstabel ter weergave van het verband tussen die bepalingen en deze richtlijn.

Wanneer de lidstaten deze bepalingen aannemen, wordt in die bepalingen naar de onderhavige richtlijn verwezen of wordt hiernaar verwezen bij de officiële bekendmaking van die bepalingen. De regels voor deze verwijzing worden vastgesteld door de lidstaten.

Artikel 4

Deze richtlijn treedt in werking op de twintigste dag volgende op die van haar bekendmaking in het *Publicatieblad van de Europese Unie*.

Deze richtlijn is gericht tot de lidstaten.

Gedaan te Brussel, 4 februari 2005.

Voor de Commissie

Markos KYPRIANOU

Lid van de Commissie

⁽¹⁾ PB L 372 van 31.12.1985, blz. 50. Richtlijn gewijzigd bij Verordening (EG) nr. 1882/2003 van het Europees Parlement en de Raad (PB L 284 van 31.10.2003, blz. 1).

⁽²⁾ PB L 77 van 16.3.2001, blz. 1. Verordening laatstelijk gewijzigd bij Verordening (EG) nr. 208/2005 (zie bladzijde 3 van dit Publicatieblad).

⁽³⁾ PB L 290 van 24.11.1993, blz. 14. Richtlijn gewijzigd bij Verordening (EG) nr. 1882/2003.

BIJLAGE I

WIJZEN VAN BEMONSTERING VOOR DE OFFICIËLE CONTROLE OP DE GEHALTEN AAN BENZO(A)PYREEN IN BEPAALDE LEVENSMIDDELEN**1. Doel en toepassingsgebied**

De monsters voor de officiële controle op de gehalten aan benzo(a)pyreen in levensmiddelen worden genomen overeenkomstig de onderstaande methoden. De op die manier verkregen verzamelmonsters worden geacht representatief te zijn voor de betrokken partijen. Op basis van de gehalten die in de laboratoriummonsters worden geconstateerd, wordt bepaald of de partijen voldoen aan de bij Verordening (EG) nr. 466/2001 vastgestelde maximumgehalten.

2. Definities

„Partij”: een identificeerbare, in één keer geleverde hoeveelheid van een bepaald levensmiddel waarvan de ambtenaar gemeenschappelijke kenmerken, zoals oorsprong, soort, verpakkingstype, verpakker, verzender of merktekens, heeft geconstateerd.

„Subpartij”: aangeduid deel van een partij waarop de bemonsteringsmethode zal worden toegepast; elke subpartij moet fysiek van de hoofdpartij gescheiden zijn en moet kunnen worden geïdentificeerd.

„Basismonster”: hoeveelheid materiaal die op één plaats uit de partij of de subpartij is genomen.

„Verzamelmonster”: de samengevoegde basismonsters die uit de partij of de subpartij zijn genomen.

„Laboratoriummonster”: voor het laboratorium bestemd monster.

3. Algemene bepalingen**3.1. Personeel**

De monsters worden genomen door een persoon die daartoe gemachtigd is overeenkomstig de in de lidstaat geldende voorschriften.

3.2. Te bemonsteren materiaal

Elke partij die moet worden geanalyseerd, wordt afzonderlijk bemonsterd.

3.3. Voorzorgsmaatregelen

Bij de bemonstering en de bereiding van de laboratoriummonsters moet worden voorkomen dat zich veranderingen voordoen waardoor het benzo(a)pyreeengehalte kan veranderen of de analyses of de representativiteit van het verzamelmonster kunnen worden beïnvloed.

3.4. Basismonsters

De basismonsters worden zoveel mogelijk op verschillende plaatsen uit de partij of de subpartij genomen. Als hiervan wordt afgeweken, wordt dit in het verslag vermeld.

3.5. Bereiding van het verzamelmonster

Het verzamelmonster wordt verkregen door alle basismonsters bij elkaar te voegen. Dit verzamelmonster wordt in het laboratorium gehomogeniseerd, tenzij dit onverenigbaar is met de toepassing van punt 3.6.

3.6. Bereiding van laboratoriummonsters

Er worden uit het gehomogeniseerde verzamelmonster identieke laboratoriummonsters voor controle-, verhaal- en arbitrage doeleinden genomen, mits deze procedure met de regelgeving van de lidstaat in overeenstemming is.

3.7. Verpakking en verzending van de monsters

Elk monster wordt in een schone recipiënt van inert materiaal geplaatst die een degelijke bescherming biedt tegen verontreiniging en beschadiging tijdens het vervoer. Voorts worden de nodige voorzorgsmaatregelen genomen om verandering in de samenstelling van het monster tijdens vervoer of opslag te voorkomen.

3.8. Verzegeling en etikettering van de monsters

Elk voor officieel gebruik genomen monster wordt op de plaats van bemonstering verzegeld en geïdentificeerd volgens de in de lidstaat geldende voorschriften.

Van elke bemonstering wordt een bemonsteringsverslag opgesteld aan de hand waarvan de bemonsterde partij ondubbelzinnig kan worden geïdentificeerd; hierin worden bemonsteringsdatum en -plaats en alle andere voor de analist nuttige gegevens vermeld.

4. Bemonstering

Bij de gebruikte bemonsteringswijze wordt ervoor gezorgd dat het verzamelmonster representatief is voor de te controleren partij.

4.1. Aantal basisonsters

In geval van oliën, waarbij ervan uitgegaan mag worden dat benzo(a)pyreen in een partij homogeen verdeeld is, volstaat het om drie basisonsters per partij te nemen, die samen het verzamelmonster vormen. Het partijnummer moet worden vermeld. Voor olijfoliën en oliën uit afval van olijven wordt nadere informatie over de bemonstering verstrekt in Verordening (EG) nr. 1989/2003 van de Commissie⁽¹⁾.

Voor andere producten is het minimumaantal basisonsters dat van de partij dient te worden genomen in tabel 1 aangegeven. De basisonsters moeten van vergelijkbaar gewicht zijn, elk niet meer dan 100 g, resulterend in een verzamelmonster van niet meer dan 300 g (zie punt 3.5).

TABEL 1

Minimumaantal van de partij te nemen basisonsters

| Gewicht van de partij (in kg) | Minimumaantal basisonsters |
|-------------------------------|----------------------------|
| < 50 | 3 |
| 50 tot 500 | 5 |
| > 500 | 10 |

Indien de partij uit afzonderlijke verpakkingen bestaat, wordt voor het verzamelmonster een aantal verpakkingen genomen overeenkomstig tabel 2.

TABEL 2

Aantal voor de vorming van het verzamelmonster te bemonsteren verpakkingen (basisonsters) ingeval de partij uit afzonderlijke verpakkingen bestaat

| Aantal verpakkingen of eenheden in de partij of subpartij | Aantal te bemonsteren verpakkingen of eenheden |
|---|---|
| 1 tot 25 | 1 verpakking of eenheid |
| 26 tot 100 | Circa 5 %, minimaal 2 verpakkingen of eenheden |
| > 100 | Circa 5 %, maximaal 10 verpakkingen of eenheden |

4.2. Bemonstering in de kleinhandel

De bemonstering van levensmiddelen in de kleinhandel moet zo mogelijk geschieden overeenkomstig de bovengenoemde bemonsteringsbepalingen. Wanneer dit niet mogelijk is, kunnen andere effectieve bemonsteringsprocedures in de kleinhandel worden toegepast, mits zij een voldoende representativiteit voor de bemonsterde partij garanderen.

5. Overeenstemming van de partij of subpartij met de eisen

Het controlelaboratorium voert op het laboratoriummonster voor controledoeleinden een duplobepaling uit ingeval het verkregen resultaat van de eerste analyse minder dan 20 % onder of boven het maximumgehalte ligt, en berekent in deze gevallen het gemiddelde van de resultaten daarvan.

De partij wordt aanvaard als het resultaat van de eerste analyse of, wanneer een duplobepaling noodzakelijk is, als het gemiddelde niet hoger is dan het desbetreffende maximumgehalte zoals vastgelegd in Verordening (EG) nr. 466/2001, met inachtneming van de meetonzekerheid en de correctie voor terugvinding.

De partij is niet in overeenstemming met het in Verordening (EG) nr. 466/2001 vastgelegde maximumgehalte als het resultaat van de eerste analyse of, wanneer een duplobepaling noodzakelijk is, als het gemiddelde buiten redelijke twijfel groter is dan dat maximumgehalte, met inachtneming van de meetonzekerheid en de correctie voor terugvinding.

⁽¹⁾ PB L 295 van 13.11.2003, blz. 57.

BIJLAGE II

**BEREIDING VAN DE MONSTERS EN ALGEMENE CRITERIA VOOR DE ANALYSEMETHODEN DIE WORDEN
GEBRUIKT VOOR DE OFFICIËLE CONTROLE OP HET GEHALTE AAN BENZO(A)PYREEN IN
LEVENS MIDDELEN**

1. Voorzorgsmaatregelen en algemene overwegingen voor benzo(a)pyreen in monsters van levensmiddelen

Eerste vereiste is dat een representatief, homogeen laboratoriummonster wordt verkregen zonder dat daarbij secundaire verontreinigingen worden geïntroduceerd.

De analist moet ervoor zorgen dat de monsters tijdens de bereiding niet worden gecontamineerd. De recipiënten moeten vóór gebruik worden gereinigd met aceton of hexaan met een hoge zuiverheidsgraad (p.A., HPLC-kwaliteit of soortgelijke kwaliteit) om het contaminatierisico tot een minimum te beperken. Alle apparatuur die met het monster in aanraking komt, dient zoveel mogelijk gemaakt te zijn van inert materiaal, bv. aluminium, glas of gepolijst roestvrij staal. Kunststoffen zoals polypropyleen, PTFE, enz. moeten worden vermeden omdat de analyt op deze materialen kan adsorberen.

Voor de bereiding van het onderzoeksmateriaal moet al het monstermateriaal worden gebruikt dat naar het laboratorium is opgestuurd. Alleen volledig gehomogeniseerde monsters leveren reproduceerbare resultaten.

Er kunnen veel toereikende specifieke monsterbereidingsprocedures worden toegepast.

2. Behandeling van het monster dat het laboratorium ontvangt

Het volledige verzamelmonster wordt (zo nodig) fijn gemalen en zorgvuldig gemengd zodat een volledig homogeen product ontstaat.

3. Verdeling van de monsters voor controle- en verhaaldoeleinden

De identieke monsters voor controle-, verhaal- en arbitrage doeleinden worden genomen uit het gehomogeniseerde materiaal, mits deze procedure met de regelgeving van de lidstaat inzake monsterneming in overeenstemming is.

4. Door de laboratoria toe te passen analysemethoden en voorschriften inzake de controle op de laboratoria

4.1. Definities

Hieronder worden enkele van de meest gebruikelijke definities gegeven die de laboratoria moeten hanteren.

$r =$ herhaalbaarheid: waarde waarvoor geldt dat het absolute verschil tussen de resultaten van twee afzonderlijke bepalingen die onder herhaalbaarheidsomstandigheden zijn uitgevoerd (hetzelfde monster, dezelfde persoon, dezelfde apparatuur, hetzelfde laboratorium, en kort na elkaar) met de gekozen waarschijnlijkheid (in principe 95%) daarbeneden ligt, zodat $r = 2,8 \times s_r$.

$s_r =$ standaardafwijking, berekend op basis van resultaten die onder herhaalbaarheidsomstandigheden zijn verkregen.

$RSD_r =$ relatieve standaardafwijking, berekend op basis van resultaten die onder herhaalbaarheidsomstandigheden zijn verkregen $[(s_r/\bar{x}) \times 100]$.

$R =$ reproduceerbaarheid: waarde waarvoor geldt dat het absolute verschil tussen de resultaten van afzonderlijke bepalingen die onder reproduceerbaarheidsomstandigheden zijn uitgevoerd (identiek monstermateriaal, bepalingen met de gestandaardiseerde testmethode uitgevoerd door personen in verschillende laboratoria) met de gekozen waarschijnlijkheid (in principe 95%) daarbeneden ligt, zodat $R = 2,8 \times s_R$.

$s_R =$ standaardafwijking, berekend op basis van resultaten die onder reproduceerbaarheidsomstandigheden zijn verkregen.

$RSD_R =$ relatieve standaardafwijking, berekend op basis van resultaten die onder reproduceerbaarheidsomstandigheden zijn verkregen $[(s_R/\bar{x}) \times 100]$, waarbij \bar{x} het gemiddelde is van de resultaten voor alle laboratoria en alle monsters.

$HORRAT_r =$ de waargenomen RSD_r gedeeld door de met behulp van de vergelijking van Horwitz (1) geschatte RSD_r , onder de aanname $r = 0,66R$.

$HORRAT_R =$ de waargenomen RSD_R gedeeld door de met behulp van de vergelijking van Horwitz berekende RSD_R .

$U =$ de uitgebreide onzekerheid, met een dekkingsfactor 2, die een betrouwbaarheidsniveau van ongeveer 95% oplevert.

4.2. *Algemene voorschriften*

De analysemethoden voor de controle op levensmiddelen moeten voldoen aan de punten 1 en 2 van de bijlage bij Richtlijn 85/591/EEG.

4.3. *Specifieke voorschriften*

Als op communautair niveau geen specifieke methode voor de bepaling van het benzo(a)pyreengehalte in levensmiddelen is voorgeschreven, mogen de laboratoria zelf een gevalideerde methode kiezen, op voorwaarde dat die aan de in de tabel vermelde prestatiekenmerken voldoet. Idealiter dient bij de validatie een gecertificeerd referentiemateriaal te worden opgenomen.

TABEL

Prestatiekenmerken van analysemethoden voor benzo(a)pyreen

| Parameter | Waarde/opmerking |
|-------------------------|---|
| Van toepassing op | De in Verordening (EG) nr .../2003 genoemde levensmiddelen |
| Aantoonbaarheidsgrens | Maximaal 0,3 µg/kg |
| Bepaalbaarheidsgrens | Maximaal 0,9 µg/kg |
| Precisie | HORRAT _r of HORRAT _R -waarden kleiner dan 1,5 in het validatieringonderzoek |
| Terugvindingspercentage | 50 % - 120 % |
| Specificiteit | Vrij van matrixeffecten of spectrale storingen, verificatie van positieve detectie |

4.3.1. *Prestatiekenmerken - onzekerheidsfunctieaanpak*

Om na te gaan of de door het laboratorium te gebruiken analysemethoden geschikt zijn, kan evenwel ook een onzekerheidsfunctieaanpak worden gebruikt. Het laboratorium kan een methode gebruiken die resultaten produceert binnen een maximumstandaardonzekerheid. De maximumstandaardonzekerheid kan worden berekend met de volgende formule:

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

waarbij

U_f de maximumstandaardonzekerheid is

LOD de aantoonbaarheidsgrens van de methode is

C de betrokken concentratie is.

Indien een analysemethode resultaten oplevert met onzekerheidsmetingen lager dan de maximumstandaardonzekerheid, dan is de methode even geschikt als een methode die aan de in de tabel vermelde prestatiekenmerken voldoet.

4.4. *Berekening van het terugvindingspercentage en rapportage van de resultaten*

Het analytische resultaat wordt geregistreerd al dan niet met een correctie op basis van de terugvinding. De registratiewijze en het terugvindingspercentage moeten worden vermeld. Het voor de terugvinding gecorrigeerde analyseresultaat wordt gebruikt om te bepalen of aan de eisen is voldaan (zie bijlage I, punt 5).

De analist dient nota te nemen van het „European Commission Report on the relationship between analytical results, the measurement of uncertainty, recovery factors and the provisions in EU food legislation” (2).

Het analyseresultaat wordt gerapporteerd als $x \pm U$, waarbij x het analyseresultaat en U de meetonzekerheid is.

4.5. *Door de laboratoria te bieden kwaliteitsgaranties*

De laboratoria moeten voldoen aan Richtlijn 93/99/EEG.

4.6. *Andere overwegingen betreffende de analyse**Proficiency tests*

Deelname aan desbetreffende proficiency tests die voldoen aan het onder de auspiciën van IUPAC/ISO/AOAC opgestelde „International Harmonised Protocol for the Proficiency Testing of (Chemical) Analytical Laboratories”(3).

Interne kwaliteitscontrole

De laboratoria moeten kunnen aantonen dat zij over procedures voor interne kwaliteitscontrole beschikken. Voorbeelden daarvan zijn de „ISO/AOAC/IUPAC Guidelines on Internal Quality Control in Analytical Chemistry Laboratories”(4).

REFERENTIES

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.
-