

SMERNICA KOMISIE 2005/10/ES

zo 4. februára 2005,

ktorou sa ustanovujú metódy odberu vzoriek a analytické metódy na úradnú kontrolu úrovni obsahu benzo(a)pyrénu v potravinách

(Text s významom pre EHP)

KOMISIA EURÓPSKÝCH SPOLOČENSTIEV,

PRIJALA TÚTO SMERNICU:

so zreteľom na Zmluvu o založení Európskeho spoločenstva,

Článok 1

so zreteľom na smernicu Rady 85/591/EHS z 20. decembra 1985, ktorá sa týka zavedenia metód Spoločenstva do odberu vzoriek a analytických metód na monitorovanie potravín určených na ľudskú spotrebu⁽¹⁾, a najmä na jej článok 1,

Členské štáty prijímú všetky opatrenia potrebné na zabezpečenie toho, aby sa odber vzoriek na úradnú kontrolu obsahu benzo(a)pyrénu v potravinách vykonával v súlade s metódami opísanými v prílohe I k tejto smernici.

keďže:

Článok 2

(1) Nariadenie Komisie (ES) č. 466/2001 z 8. marca 2001, ktorým sa ustanovujú maximálne hodnoty obsahu niektorých cudzorodých látok v potravinách⁽²⁾, ustanovuje maximálne hodnoty benzo(a)pyrénu a odvoláva sa na opatrenia, ktorými sa ustanovujú metódy odberu vzoriek a analýzy, ktoré sa majú používať.

Členské štáty prijímú všetky opatrenia potrebné na zabezpečenie toho, aby sa príprava vzoriek a analytické metódy používané na úradnú kontrolu obsahu benzo(a)pyrénu v potravinách vykonávali v súlade s metódami opísanými v prílohe II k tejto smernici.

(2) Smernica Rady 93/99/EHS z 29. októbra 1993 o dodatočných opatreniach týkajúcich sa úradnej kontroly potravín⁽³⁾ zavádza systém noriem kvality pre laboratóriá, ktoré členské štáty poverili úradnou kontrolou potravín.

Článok 3

Členské štáty uvedú najneskôr 12 mesiacov po jej uverejnení do účinnosti zákony, iné právne predpisy a správne opatrenia potrebné na dosiahnutie súladu s touto smernicou. Okamžite oznámia Komisii znenie týchto ustanovení a korelačné tabuľky medzi týmito ustanoveniami a touto smernicou.

(3) Zdá sa, že je potrebné stanoviť všeobecné kritériá, ktoré musí analytická metóda spĺňať, s cieľom zabezpečiť, aby laboratóriá poverené kontrolou používali analytické metódy s porovnateľnými úrovňami spoľahlivosti. Je taktiež veľmi dôležité, aby sa výsledky analýz vykazovali a interpretovali jednotným spôsobom, s cieľom zabezpečiť harmonizovaný prístup pri uplatňovaní smernice. Tieto interpretačné pravidlá sa uplatnia pri výsledkoch analýz získaných zo vzorky na úradnú kontrolu. V prípade analýzy na účely obhajoby a arbitráže sa použijú vnútroštátne pravidlá.

Členské štáty uvedú priamo v prijatých ustanoveniach alebo pri ich úradnom uverejnení odkaz na túto smernicu. Podrobnosti o odkaze upravia členské štáty.

(4) Opatrenia stanovené v tejto smernici sú v súlade so stanoviskom Stáleho výboru pre potravinový reťazec a zdravie zvierat,

Článok 4

Táto smernica nadobudne účinnosť dvadsiatym dňom po jej uverejnení v Úradnom vestníku Európskej únie.

Táto smernica je určená členským štátom.

V Bruseli, 4. februára 2005

Za Komisiu
Markos KYPRIANOU
člen Komisie

(1) Ú. v. ES L 372, 31.12.1985, s. 50. Smernica zmenená a doplnená nariadením Európskeho parlamentu a Rady (ES) č. 1882/2003 (Ú. v. EÚ L 284, 31.10.2003, s. 1).

(2) Ú. v. ES L 77, 16.3.2001, s. 1. Nariadenie naposledy zmenené a doplnené nariadením (ES) č. 208/2005 (Pozri stranu 3 tohto úradného vestníka).

(3) Ú. v. ES L 290, 24.11.1993, s. 14. Smernica zmenená a doplnená nariadením (ES) č. 1882/2003.

PRÍLOHA I

METÓDY ODBERU VZORIEK NA ÚRADNÚ KONTROLU OBSAHU BENZO(A)PYRÉNU V POTRAVINÁCH**1. Účel a pôsobnosť**

Vzorky určené na úradnú kontrolu obsahu benzo(a)pyrénu v potravinách sa odoberajú tu opísanými metódami. Takto získané súhrnné vzorky sa považujú za reprezentatívne pre príslušné vzorkované dávky. Dodržanie maximálnych hodnôt ustanovených v nariadení (ES) č. 466/2001 sa zisťuje na základe úrovni určených v laboratórnych vzorkách.

2. Definície

„Vzorkovaná dávka“: presne určené množstvo potravinovej komodity dodanej v rovnakom čase, pri ktorom úradná osoba na základe zistenia určí, že má spoločné charakteristiky, ako je pôvod, druh, typ balenia, baliareň, odosielateľ alebo označenie.

„Časť vzorkovanej dávky“: určitá časť vzorkovanej dávky určená na použitie určitej metódy odberu vzorky z tejto časti; každá časť vzorkovanej dávky celku musí byť fyzicky samostatná a samostatne identifikovateľná.

„Čiastková vzorka“: množstvo materiálu odobratého z jedného miesta vzorkovanej dávky alebo jej časti.

„Súhrnná vzorka“: súhrn všetkých čiastkových vzoriek odobratých zo vzorkovanej dávky alebo jej časti.

„Laboratórna vzorka“: vzorka určená pre laboratórium.

3. Všeobecné ustanovenia**3.1. Pracovníci**

Odber vzoriek vykonáva oprávnená osoba podľa určenia členskými štátmi.

3.2. Materiál, z ktorého sa odoberajú vzorky

Z každej vzorkovanej dávky, ktorá sa má preskúmať, sa vzorky musia odoberať každá zvlášť.

3.3. Preventívne bezpečnostné opatrenia, ktoré sa majú prijať

Pri odbere a príprave vzoriek sa musia prijať preventívne bezpečnostné opatrenia, aby sa predišlo akýmkoľvek zmenám, ktoré by mohli ovplyvniť obsah benzo(a)pyrénu, nepriaznivo ovplyvniť analytické stanovenie alebo spôsobiť, že by súhrnné vzorky prestali byť reprezentatívnymi.

3.4. Čiastkové vzorky

Ak je to možné, čiastkové vzorky by sa mali odoberať na rozličných miestach rozložených po celej vzorkovanej dávke alebo jej časti. Nedodržanie tohto postupu sa musí uviesť v protokole.

3.5. Príprava súhrnnej vzorky

Súhrnná vzorka sa vytvorí spojením všetkých čiastkových vzoriek. Takáto súhrnná vzorka sa homogenizuje v laboratóriu, pokiaľ to nie je v rozpore s uplatnením bodu 3.6.

3.6. Laboratórne vzorky na opakovanie analýzy

Na účely uplatnenia práva, ochrany obchodu a na účely arbitráže sa laboratórne vzorky na opakovanie analýzy odoberajú z homogenizovanej súhrnnej vzorky, ak to nie je v rozpore s pravidlami členských štátov na odber vzoriek.

3.7. Balenie a preprava vzoriek

Každá vzorka sa vloží do čistej nádoby z inertných materiálov, ktorá zabezpečuje potrebnú ochranu pred znečistením a poškodením pri preprave. Prijmú sa všetky potrebné preventívne bezpečnostné opatrenia, aby sa predišlo akýmkoľvek zmenám v zložení vzorky, ku ktorým by mohlo dôjsť počas prepravy alebo uskladnenia.

3.8. Pečatenie a označovanie vzoriek

Každá vzorka odobratá na úradné použitie sa zapečatí na mieste odberu a označí sa podľa pravidiel členského štátu.

O odbere každej vzorky sa musí viesť protokol, ktorý umožní jednoznačne identifikovať každú vzorkovanú dávku a v ktorom sa uvedie dátum a miesto odberu vzorky spolu s doplňujúcimi informáciami, ktoré by mohli pomôcť pri jej analýze.

4. Plány odberu vzoriek

Použitá metóda odberu vzorky musí zabezpečiť, aby bola súhrnná vzorka reprezentatívna pre vzorkovanú dávku, ktorá sa má kontrolovať.

4.1. Počet čiastkových vzoriek

V prípade olejov, pri ktorých sa môže predpokladať homogénne rozloženie benzo(a)pyrénu v danej vzorkovanej dávke, stačí do súhrnnej vzorky odobrať z každej vzorkovanej dávky tri čiastkové vzorky. Musí sa uviesť odkaz na číslo vzorkovanej dávky. Ďalšie informácie o odbere vzoriek z olivového oleja a olivových výliskov sú uvedené v nariadení Komisie (ES) č. 1989/2003 (1).

Pre ostatné výrobky sú minimálne počty čiastkových vzoriek, ktoré sa majú odobrať zo vzorkovanej dávky, uvedené v tabuľke 1. Čiastkové vzorky musia mať podobnú hmotnosť, každá najmenej 100 g, z ktorých vznikne súhrnná vzorka s hmotnosťou najmenej 300 g (pozri bod 3.5).

TABUĽKA 1

Minimálny počet čiastkových vzoriek, ktoré sa majú odobrať zo vzorkovanej dávky

Hmotnosť vzorkovanej dávky (v kg)	Minimálny počet čiastkových vzoriek, ktoré sa majú odobrať
< 50	3
50 až 500	5
> 500	10

Ak vzorkovanú dávku tvoria jednotlivé balenia, potom je počet balení, ktorý sa musí odobrať do súhrnnej vzorky, uvedený v tabuľke 2.

TABUĽKA 2

Počet balení (čiastkových vzoriek), ktorý sa musí odobrať do súhrnnej vzorky, ak vzorkovanú dávku tvoria jednotlivé balenia

Počet balení alebo jednotiek vo vzorkovanej dávke alebo v jej časti	Počet balení alebo jednotiek, ktoré sa majú odobrať
1 až 25	1 balenie alebo jednotka
26 až 100	približne 5 %, najmenej 2 balenia alebo jednotky
> 100	približne 5 %, maximálne 10 balení alebo jednotiek

4.2. Odber vzoriek v štádiu maloobchodného predaja

Odber vzoriek potravín v štádiu maloobchodného predaja by sa mal robiť, ak je to možné, v súlade s uvedenými ustanoveniami o odbere vzoriek. Ak to nie je možné, môžu sa použiť iné účinné postupy odberu vzoriek v štádiu maloobchodného predaja za predpokladu, že zabezpečia dostatočnú reprezentatívnosť dávky, z ktorej sa vzorky odoberajú.

5. Zhoda vzorkovanej dávky alebo jej časti so špecifikáciami

Kontrolné laboratórium analyzuje laboratórnu vzorku na účely potvrdenia aspoň v dvoch nezávislých analýzach v prípade, ak výsledok získaný pri prvej analýze dosahuje hodnotu 20 % pod alebo nad maximálnou úrovňou a v týchto prípadoch vypočíta priemernú hodnotu výsledkov.

Vzorkovaná dávka je vyhovujúca, ak výsledok prvej analýzy, alebo ak bola potrebná, aj druhej analýzy, v priemere nepresiahne príslušnú maximálnu hodnotu [ustanovenú v nariadení (ES) č. 466/2001] po zohľadnení neistoty merania a korekcie na výtlačnosť.

Vzorkovaná dávka nespĺňa maximálnu hodnotu [ustanovenú v nariadení (ES) č. 466/2001], ak výsledok prvej analýzy, alebo ak bola potrebná, aj druhej analýzy, v priemere nepresiahne bez akýchkoľvek pochybností maximálnu hodnotu po zohľadnení neistoty merania a korekcie na výtlačnosť.

(1) Ú. v. EÚ L 295, 13.11.2003, s. 57.

PRÍLOHA II

PRÍPRAVA VZORKY A KRITÉRIÁ ANALYTICKÝCH METÓD NA ÚRADNÚ KONTROLU OBSAHU BENZO(A)PYRÉNU V POTRAVINÁCH

1. **Preventívne bezpečnostné opatrenia a všeobecné úvahy pre benzo(a)pyrén v potravinových vzorkách**

Základnou požiadavkou je získať reprezentatívnu a homogénnu laboratórnu vzorku bez sekundárnej kontaminácie.

Osoba vykonávajúca analýzu by mala zabezpečiť, aby sa vzorky počas ich prípravy nekontaminovali. Nádoby by sa mali pred použitím vypláchnuť acetónom alebo hexánom vysokej čistoty (p.A., stupňa HPLC alebo rovnocenného stupňa), aby sa minimalizovalo riziko kontaminácie. Vždy keď je to možné, by prístroje prichádzajúce do styku so vzorkou mali byť vyrobené z inertných materiálov, napr. hliníka, skla alebo vysokokvalitnej nehrdzavejúcej ocele. Plasty, ako sú polypropylén, PTFE atď., by sa nemali používať, pretože analyzovaná látka môže do seba tieto materiály absorbovať.

Všetok vzorkovaný materiál prijatý do laboratória sa má použiť na prípravu skúšobného materiálu. Len veľmi dobre homogenizované vzorky umožnia reprodukovateľné výsledky.

Existuje veľa spoľahlivých špecifických postupov na prípravu vzorky, ktoré sa môžu použiť.

2. **Spracovanie vzorky prijatej do laboratória**

Celá súhrnná vzorka sa najemno zomelie (kde to prichádza do úvahy) a dôkladne premieša s použitím procesu, pri ktorom sa preukázalo, že dokáže zabezpečiť úplnú homogenizáciu.

3. **Oddelenie vzoriek na účely uplatnenia práva a ochrany obchodu**

Na účely uplatnenia práva, ochrany obchodu a na účely arbitráže sa laboratórne vzorky na opakovanie analýzy odoberajú z homogenizovaného materiálu, pokiaľ to nie je v rozpore s pravidlami členských štátov o odbere vzoriek.

4. **Analytická metóda, ktorú má laboratórium použiť, a požiadavky na laboratórnu kontrolu**4.1. *Definície*

Niektoré najbežnejšie používané definície, ktorých používanie sa od laboratória vyžaduje:

$r =$ opakovateľnosť je hodnota, pod ktorou možno s určitou pravdepodobnosťou (obvykle 95 %) očakávať, že absolútna hodnota rozdielu medzi výsledkami dvoch samostatných skúšok získaných v podmienkach opakovateľnosti (t. j. tá istá vzorka, ten istý pracovník, to isté prístrojové vybavenie, to isté laboratórium a krátky časový interval) je menšia ako táto hodnota, z toho vyplýva $r = 2.8 \times s_r$.

$s_r =$ smerodajná odchýlka, vypočítaná z výsledkov získaných v podmienkach opakovateľnosti.

$RSD_r =$ relatívna smerodajná odchýlka, vypočítaná z výsledkov získaných v podmienkach opakovateľnosti $[(s_r/x) \times 100]$.

$R =$ reprodukovateľnosť je hodnota, pod ktorou možno s určitou pravdepodobnosťou (obvykle 95 %) predpokladať, že absolútna hodnota rozdielu medzi výsledkami samostatných skúšok získanými v podmienkach reprodukovateľnosti (t. j. na rovnakom materiáli doručenom pracovníkom v rôznych laboratóriách pomocou normalizovanej skúšobnej metódy) je menšia ako táto hodnota; $R = 2.8 \times s_R$.

$s_R =$ smerodajná odchýlka, vypočítaná z výsledkov získaných v podmienkach reprodukovateľnosti.

$RSD_R =$ relatívna smerodajná odchýlka, vypočítaná z výsledkov získaných v podmienkach reprodukovateľnosti $[(s_R/\bar{x}) \times 100]$, pričom \bar{x} je priemerná hodnota výsledkov zo všetkých laboratórií a vzoriek.

$HORRAT_r =$ zistená hodnota RSD_r , vydelená hodnotou RSD_r získanou odhadom pomocou Horwitzovej rovnice (1) za predpokladu $r = 0.66R$.

$HORRAT_R =$ zistená hodnota RSD_R , vydelená hodnotou RSD_R vypočítanou pomocou Horwitzovej rovnice.

$U =$ zvýšená neistota pri použití faktora rozšírenia 2, ktorý dáva úroveň spoľahlivosti približne 95 %.

4.2. Všeobecné požiadavky

Analytické metódy používané na účely kontroly potravín musia spĺňať body 1 a 2 prílohy k smernici Rady 85/591/EHS.

4.3. Osobitné požiadavky

Ak na úrovni Spoločenstva nie sú predpísané žiadne osobitné metódy na stanovovanie obsahu benzo(a)pyrénu v potravinách, laboratória si môžu vybrať ktorúkoľvek overenú metódu za predpokladu, že zvolená metóda spĺňa kritériá spoľahlivosti uvedené v tabuľke. Overovanie by v ideálnom prípade malo zahŕňať aj certifikovaný referenčný materiál.

TABUĽKA

Kritériá spoľahlivosti pre metódy analýzy benzo(a)pyrénu

Parameter	Hodnota/poznámka
Použiteľnosť	potraviny bližšie určené v nariadení (ES) č. .../2005
Hranica detekcie	najviac 0,3 µg/kg
Hranica kvantifikácie	najviac 0,9 µg/kg
Presnosť	hodnoty HORRAT _T alebo HORRAT _R nižšie ako 1,5 pri overovacej kontrolnej skúške
Výťažnosť	50 %–120 %
Špecifickosť	nezávislá od matrice alebo bez spektrálnych interferencií, overovanie pozitívnou detekciou

4.3.1. Kritériá spoľahlivosti – koncepcia neistoty

Na posúdenie vhodnosti metódy analýzy, ktorú má laboratórium používať, sa však môže použiť aj koncepcia neistoty merania. Laboratórium môže použiť metódu, ktorá poskytuje výsledky v rámci maximálnej štandardnej neistoty. Maximálnu štandardnú neistotu možno vypočítať podľa vzorca:

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

pričom:

U_f je maximálna štandardná neistota

LOD je hranica detekcie metódy

C je príslušná koncentrácia

Ak analytická metóda poskytne výsledky s neistotou merania nižšou, ako je maximálna štandardná neistota, metóda je rovnako vhodná ako metóda, ktorá spĺňa kritériá spoľahlivosti uvedené v tabuľke.

4.4. Vypočítanie výťažnosti a vykazovanie výsledkov

Analytický výsledok sa vyказuje korigovaný na výťažnosť alebo bez korekcie na výťažnosť. Musí sa uviesť spôsob vykazovania výsledku a hodnota výťažnosti. Analytický výsledok korigovaný na výťažnosť sa používa pri kontrole zhody (pozri prílohu I bod 5).

Osoba vykonávajúca analýzu by mala brať do úvahy dokument Správa Európskej komisie o vzťahu medzi analytickými výsledkami, meraním neistôt, faktormi výťažnosti a ustanoveniami v právnych predpisoch EÚ o potravinách (2).

Analytický výsledok sa vyказuje ako $x \pm U$, pričom x je výsledok analýzy a U je neistota merania.

4.5. Normy kvality pre laboratória

Laboratória musia spĺňať ustanovenia smernice 93/99/EHS.

4.6. Ďalšie faktory, ktoré sa pri analýze berú do úvahy

Skúška spôsobilosti

Účasť vo vhodných skúškach spôsobilosti, ktoré sú v súlade s Medzinárodným harmonizovaným protokolom na overovanie spôsobilosti (chemických) analytických laboratórií (3), vypracovaným pod záštitou IUPAC/ISO/AOAC.

Interná kontrola kvality

Laboratória by mali byť schopné preukázať, že využívajú interné postupy na kontrolu kvality. Príkladom sú Usmernenia o internej kontrole kvality v chemických analytických laboratóriách, vypracované ISO/AOAC/IUPAC (4).

POUŽITÁ LITERATÚRA

1. W. Horwitz, Evaluation of Analytical Methods for Regulation of Foods and Drugs (Hodnotenie analytických metód na reguláciu potravín a liekov), Anal. Chem., 1982, 54, 67A – 76A.
 2. Správa Európskej komisie o vzťahu medzi analytickými výsledkami, meraním neistoty, faktormi výťažnosti a ustanoveniami v právnych predpisoch EÚ o potravinách, 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 [Medzinárodný harmonizovaný protokol na overovanie spôsobilosti (chemických) analytických laboratórií], vydané M. Thompsonom a R. Woodom, Pure Appl. Chem., 1993, 65, 2123 – 2144 (uverejnené aj v J. AOAC International, 1993, 76, 926).
 4. ISO/AOAC/IUPAC International Harmonised Guidelines for Internal Quality Control in Analytical Chemistry Laboratories (Medzinárodné harmonizované usmernenia pre internú kontrolu kvality v chemických analytických laboratóriách), vydané M. Thompsonom a R. Woodom, Pure Appl. Chem., 1995, 67, 649 – 666.
-