

**KOMMISSIONENS DIREKTIV 2005/10/EG**

av den 4 februari 2005

**om provtagnings- och analysmetoder för offentlig kontroll av benso(a)pyrenhalten i livsmedel**

(Text av betydelse för EES)

EUROPEISKA GEMENSKAPERNAS KOMMISSION HAR ANTAGIT  
DETTA DIREKTIV

med beaktande av Fördraget om upprättandet av Europeiska gemenskapen,

med beaktande av rådets direktiv 85/591/EEG av den 20 december 1985 om införande av provtagnings- och analysmetoder vid kontroll av livsmedel inom gemenskapen<sup>(1)</sup>, särskilt artikel 1 i detta, och

av följande skäl:

- (1) I kommissionens förordning (EG) nr 466/2001 av den 8 mars 2001 om fastställande av högsta tillåtna halt för vissa främmande ämnen i livsmedel<sup>(2)</sup> fastställs högsta tillåtna halt av benso(a)pyren och i förordningen hänvisas till bestämmelser om de provtagnings- och analysmetoder som skall användas.
- (2) Genom rådets direktiv 93/99/EEG av den 29 oktober 1993 om ytterligare åtgärder för offentlig kontroll av livsmedel<sup>(3)</sup> införs ett system för kvalitetsnormer för laboratorier som medlemsstaterna anlitar för officiell kontroll av livsmedel.
- (3) Det är nödvändigt att fastställa de allmänna kriterier som analysmetoderna måste uppfylla så att de laboratorier som ansvarar för kontrollerna använder analysmetoder som ger likvärdiga resultat. Det är också mycket viktigt att analysresultaten rapporteras och tolkas på ett enhetligt sätt för att säkerställa ett harmoniserat genomförande. Dessa tolkningsregler är tillämpliga för de analysresultat som erhålls vid provtagning för officiell kontroll. När det gäller analys för överklagande eller referensändamål gäller nationella regler.
- (4) De åtgärder som föreskrivs i detta direktiv är förenliga med yttrandet från Ständiga kommittén för livsmedelskedjan och djurhälsa.

HÄRIGENOM FÖRESKRIVS FÖLJANDE.

*Artikel 1*

Medlemsstaterna skall vidta alla åtgärder som är nödvändiga för att provtagningen för den officiella kontrollen av benso(a)pyrenhalten i livsmedel skall kunna utföras enligt de metoder som föreskrivs i bilaga I till detta direktiv.

*Artikel 2*

Medlemsstaterna skall vidta alla åtgärder som är nödvändiga för att beredningen av proverna och de analysmetoder som används för den officiella kontrollen av benso(a)pyrenhalten i livsmedel svarar mot kriterierna i bilaga II till detta direktiv.

*Artikel 3*

Medlemsstaterna skall sätta i kraft de lagar och andra författningar som är nödvändiga för att följa detta direktiv senast tolv månader efter det att det offentliggjorts. De skall genast överlämna texterna till dessa bestämmelser till kommissionen tillsammans med en jämförelsetabell för dessa bestämmelser och bestämmelserna i detta direktiv.

När en medlemsstat antar dessa bestämmelser skall de innehålla en hänvisning till detta direktiv eller åtföljas av en sådan hänvisning när de offentliggörs. Varje medlemsstat bestämmer hur hänvisningarna skall göras.

*Artikel 4*

Detta direktiv träder i kraft den tjugonde dagen efter det att det har offentliggjorts i *Europeiska unionens officiella tidning*.

Detta direktiv riktar sig till medlemsstaterna.

Utfärdat i Bryssel den 4 februari 2005.

*På kommissionens vägnar*

Markos KYPRIANOU

*Ledamot av kommissionen*

<sup>(1)</sup> EGT L 372, 31.12.1985, s. 50. Direktivet ändrat genom Europaparlamentets och rådets förordning (EG) nr 1882/2003 (EUT L 284, 31.10.2003, s. 1).

<sup>(2)</sup> EGT L 77, 16.3.2001, s. 1. Förordningen senast ändrad genom förordning (EG) nr 208/2005 (se sidan 3 i detta nummer av EUT).

<sup>(3)</sup> EGT L 290, 24.11.1993, s. 14. Direktivet ändrat genom förordning (EG) nr 1882/2003.

## BILAGA I

**PROVTAGNINGSMETODER VID OFFENTLIG KONTROLL AV BENS(A)PYRENHALTEN I LIVSMEDEL****1. Syfte och tillämpningsområde**

Prover för officiell kontroll av bens(a)pyrenhalten i livsmedel skall tas enligt de metoder som anges nedan. De samlingsprov som man då får skall betraktas som representativa för partierna. Med hänsyn till de halter som uppmätts i laboratorieproverna skall det bedömas om gränsvärdena i förordning (EG) nr 466/2001 respekteras.

**2. Definitioner**

*Parti*: en identifierbar mängd av ett livsmedel som levererats vid ett visst tillfälle och som av den behörige tjänstemannen bedöms ha gemensamma egenskaper när det gäller ursprung, sort, typ av förpackning, förpackare, avsändare och märkning.

*Delparti*: en del av ett större parti som tagits ut för provtagning. Delpartierna måste vara fysiskt åtskilda och måste kunna identifieras.

*Enskilt prov*: en viss mängd material som tagits från ett och samma ställe i partiet eller delpartiet.

*Samlingsprov*: summan av alla enskilda prov som tagits ur partiet eller delpartiet.

*Laboratorieprov*: prov som är avsett för laboratorium.

**3. Allmänna bestämmelser****3.1 Personal**

Provtagningen skall utföras av en person som utsetts för detta enligt de föreskrifter som gäller i medlemsstaten.

**3.2 Provtagningsmaterial**

Provtagningen för alla partier som skall analyseras skall ske separat.

**3.3 Försiktighetsåtgärder**

Under provtagningen och beredningen av proven måste åtgärder vidtas för att undvika förändringar som kan påverka bens(a)pyrenhalten, eller negativt påverka analyserna eller samlingsprovets representativitet.

**3.4 Enskilda prover**

Så långt det är möjligt skall dessa prov tas från olika ställen i partiet eller delpartiet. Alla avvikelser från denna regel skall anges i protokollet.

**3.5 Beredning av samlingsprovet**

Samlingsprovet erhålls genom att alla enskilda prov blandas. Detta samlingsprov homogeniseras sedan i laboratoriet om inte detta strider mot genomförandet av punkt 3.6.

**3.6 Flera identiska laboratorieprov**

Flera identiska laboratorieprov för tillsynsåtgärder, handel (överklagande) och referensändamål skall tas från det homogeniserade samlingsprovet på villkor att detta sker enligt medlemsstaternas föreskrifter om provtagning.

**3.7 Emballering samt transport av prover**

Varje prov skall placeras i en ren behållare av inaktivt material som ger tillräckligt skydd mot föroreningar och skador under transporten. Alla nödvändiga åtgärder måste också vidtas för att undvika att provets sammansättning förändras under transport eller lagring.

**3.8 Försegling och märkning av prover**

Varje prov som tas i officiellt syfte skall förseglas på provtagningsstället och identifieras enligt de föreskrifter som gäller i medlemsstaten.

Ett protokoll skall föras över varje provtagning, så att varje parti entydigt kan identifieras. I protokollet skall man ange datum och plats för provtagningen samt eventuell ytterligare information som analytikern kan tänkas ha nytta av.

#### 4. Provtagningsplaner

Den tillämpade provtagningsmetoden skall säkerställa att samlingsprovet är representativt för det parti som skall kontrolleras.

##### 4.1 Antal enskilda prov

När det gäller oljor, för vilka bens(a)pyrenet kan antas vara jämt fördelat inom ett visst parti, räcker det att ta tre enskilda prov per parti, vilka sedan utgör samlingsprovet. Partiets nummer skall anges. Ytterligare information om provtagning av olivolja och olivolja av pressrester finns i kommissionens förordning (EG) nr 1989/2003 <sup>(1)</sup>.

För andra produkter anges det minsta antalet enskilda prov som skall tas från partiet i tabell 1. De enskilda proven skall ha i stort sett samma vikt, minst 100 g var, och samlingsprovet skall väga minst 300 g (se punkt 3.5).

TABELL 1

##### Minsta antal enskilda prov som skall tas från ett parti

Partiets vikt (kg)	Minsta antal enskilda prov
< 50	3
50 till 500	5
> 500	10

Om partiet består av enskilda förpackningar anges i tabell 2 det antal förpackningar som skall tas för att bilda ett samlingsprov.

TABELL 2

##### Antal förpackningar (enskilda prov) som skall tas från partier bestående av enskilda förpackningar för att bilda ett samlingsprov

Antal förpackningar eller enheter i partiet eller delpartiet	Antal förpackningar eller enheter som skall ingå i provtagningen
1 till 25	1 förpackning eller enhet
26 till 100	Cirka 5 %, minst 2 förpackningar eller enheter
> 100	Cirka 5 %, högst 10 förpackningar eller enheter

##### 4.2 Provtagning i detaljhandelsledet

Provtagning av livsmedel i detaljhandelsledet bör om möjligt göras enligt ovannämnda regler för provtagning. Om detta inte är möjligt kan andra effektiva provtagningsförfaranden i detaljhandelsledet användas, under förutsättning att de garanterar att provtagningen är tillräckligt representativ för partiet.

#### 5. Partiets eller delpartiets överensstämmelse med specifikationen

Kontrolllaboratoriet skall för tillsynsätgärder analysera laboratorieproverna i två analyser, om resultatet av den första analysen avviker med mindre än 20 % i förhållande till gränsvärdet, och skall i dessa fall beräkna medelvärdet av resultaten.

Partiet skall godkännas om resultatet av den första analysen eller, om det är nödvändigt att utföra två analyser, medelvärdet inte överstiger respektive gränsvärde (som fastställs i förordning (EG) nr 466/2001), med hänsyn tagen till mätosäkerheten och korrigering för utbytet.

Partiet överensstämmer inte med gränsvärdena (som fastställs i förordning (EG) nr 466/2001) om resultatet av den första analysen eller, om det är nödvändigt att utföra två analyser, medelvärdet överstiger gränsvärdena bortom rimligt tvivel, med hänsyn tagen till mätosäkerheten och korrigering för utbytet.

<sup>(1)</sup> EUT L 295, 13.11.2003, s. 57.

## BILAGA II

## BEREDNING AV PROVER OCH DE KRITERIER SOM GÄLLER FÖR ANALYSMETODER FÖR OFFICIELL KONTROLL AV BENS(A)PYRENHALTEN I LIVSMEDEL

## 1. Säkerhetsföreskrifter och allmänna överväganden när det gäller bens(a)pyren i livsmedelsprover

Det grundläggande kravet är att uppnå ett representativt och homogent laboratorieprov utan att sekundära föroreningar tillförs.

Den som utför analysen bör säkerställa att proven inte kontamineras under beredningen av proverna. För att minimera kontaminationsrisken skall behållare sköljas med aceton eller hexan av hög renhetsgrad (p.a., för HPLC-kvalitet eller motsvarande renhetsgrad) innan de används. Om möjligt bör apparatur som kommer i kontakt med provet tillverkas av inaktivt material, t.ex. aluminium, glas eller polerat rostfritt stål. Plaster som polypropen, PTFE osv. bör undvikas eftersom analyten kan sugas upp av dessa material.

Allt provmaterial som ställs till laboratoriets förfogande bör användas vid beredningen av provmaterialet. Endast noggrant homogeniserade prov ger reproducerbara resultat.

Flera olika provberedningsförfaranden som ger tillfredsställande resultat kan användas.

## 2. Behandling av laboratorieprovet

Hela samlingsprovet skall finmalas (om nödvändigt) och blandas noggrant enligt en metod som garanterar fullständig homogenisering.

## 3. Uppdelning av prover för tillsynsåtgärder och överklagande

De identiska proven för tillsynsåtgärder, handel (överklagande) och referensändamål skall tas från det homogeniserade materialet på villkor att detta sker enligt medlemsstaternas föreskrifter om provtagning.

## 4. Analysmetod som skall användas av laboratoriet samt krav på laboratoriekontroll

## 4.1 Definitioner

Vissa av de mest använda definitioner som laboratoriet kommer att uppmanas att använda anges nedan:

$r =$  Repeterbarhet: det värde under vilket den absoluta skillnaden mellan två individuella resultat som erhållits i prov genomförda under repeterbara omständigheter (dvs. samma prov, samma person, samma apparatur, samma laboratorium och kort tidsintervall) kan förväntas ligga inom en given sannolikhetsgräns (i regel 95 %) vilket ger  $r = 2,8 \times s_r$ .

$s_r =$  Standardavvikelsen beräknad utifrån de resultat som erhållits under repeterbarhetsförhållanden.

$RSD_r =$  Den relativa standardavvikelsen beräknad utifrån de resultat som erhållits under repeterbarhetsförhållanden  $[(s_r/\bar{x}) \times 100]$ .

$R =$  Reproducerbarhet: det värde under vilket den absoluta skillnaden mellan enskilda testresultat som erhållits under reproducerbara förhållanden (som erhållits av personer i olika laboratorier med standardmetoden och med identiskt material) kan förväntas ligga inom en given sannolikhetsgräns (i regel 95 %);  $R = 2,8 \times s_R$ .

$s_R =$  Standardavvikelse beräknad utifrån de resultat som erhållits under reproducerbarhetsförhållanden.

$RSD_R =$  Relativ standardavvikelse beräknad utifrån de resultat som erhållits under reproducerbara förhållanden  $[(s_R/\bar{x}) \times 100]$ , där  $\bar{x}$  är genomsnittet för alla laboratorier och prover.

$HORRAT_r =$  Uppmätt  $RSD_r$ -värde delat med det  $RSD_r$ -värde som uppskattats med hjälp av Horwitz ekvation (se referens 1) utifrån antagandet  $r = 0,66R$ .

$HORRAT_R =$  Uppmätt  $RSD_R$ -värde delat med det  $RSD_R$ -värde som beräknats med hjälp av Horwitz ekvation.

$U =$  Expanderad osäkerhet, med täckningsfaktor 2 som ger en tillförlitlighetsnivå på ungefär 95 %.

## 4.2 Allmänna krav

De analysmetoder som används för kontroll av livsmedel skall uppfylla kraven i punkterna 1 och 2 i bilagan till rådets direktiv 85/591/EEG.

## 4.3 Särskilda krav

Om ingen specifik metod för fastställande av bens(a)pyrenhalten i livsmedel föreskrivs på gemenskapsnivå kan laboratorierna använda valfri validerad metod på villkor att den uppfyller de kvalitetskrav som anges i tabell. Vid valideringen skall helst ett certifierat referensmaterial ingå.

TABELL

## Kvalitetskrav för metoder för bens(a)pyrenanalyser

Parameter	Värde/Anmärkning
Tillämplighet	Livsmedel som avses i förordning (EG) nr .../2003
Detektionsgräns	Högst 0,3 µg/kg
Kvantifieringsgräns	Högst 0,9 µg/kg
Precision	HORRAT <sub>r</sub> - eller HORRAT <sub>R</sub> -värden under 1,5 i valideringens provningsjämförelse
Utbyte	50 %–120 %
Specifitet	Utan matris eller spektral interferens, verifikation av positiv detektion

## 4.3.1 Kvalitetskrav – Osäkerhetsmetod

En osäkerhetsmetod kan dock också användas för att bedöma om den analysmetod som laboratoriet tänker använda är lämplig. Laboratoriet kan använda en metod som kommer att ge resultat inom en maximal standardosäkerhet. Den maximala standardosäkerheten kan beräknas enligt följande formel:

$$U_f = \sqrt{[(LOD/2)^2 + (0.2C)^2]}$$

där

$U_f$  är maximal standardosäkerhet,

$LOD$  är metodens detektionsgräns,

$C$  är relevant koncentration.

Om en analysmetod ger resultat med en mätosäkerhet som ligger under maximal standardosäkerhet kommer metoden att vara lika lämplig som en analysmetod som uppfyller kvalitetskraven i tabellen.

## 4.4 Beräkning av utbytesgrad och rapportering av resultat

Analysresultatet skall rapporteras korrigerat eller icke korrigerat med hänsyn till utbytet för analysen. Rapporteringssätt och utbytesgrad skall anges. Analysresultatet korrigerat med hänsyn till utbytet vid analysen används för att kontrollera överensstämmelse med de högsta tillåtna halterna (se punkt 5 i bilaga I).

Den som utför analysen bör respektera Europeiska kommissionens rapport om sambandet mellan analysresultaten, mätosäkerheten, utbytesfaktorerna och bestämmelserna i EU:s livsmedelslagstiftning (*European Commission Report on the relationship between analytical results, the measurement of uncertainty, recovery factors and the provisions in EU food legislation*) (se referens 2).

Analysresultatet måste rapporteras som  $x \pm U$  där  $x$  är det analytiska resultatet och  $U$  är mätosäkerheten.

## 4.5 Kvalitetsnormer för laboratorierna

Laboratorierna skall uppfylla kriterierna i rådets direktiv 93/99/EEG.

## 4.6 Övriga frågor att beakta vid analysen

## Kvalifikationsprövning

Laboratorierna skall delta i lämpliga system för kvalifikationsprövning i enlighet med *International Harmonised Protocol for the Proficiency Testing of (Chemical) Analytical Laboratories* (se referens 3) som utarbetats under IUPAC/ISO/AOAC:s överinseende.

## Intern kvalitetskontroll

Laboratorierna bör kunna visa att de tillämpar förfaranden för intern kvalitetskontroll. Exempel på dessa finns i *ISO/AOAC/IUPAC Guidelines on Internal Quality Control in Analytical Chemistry Laboratories* (se referens 4).

## REFERENSER

1. W. Horwitz, "Evaluation of Analytical Methods for Regulation of Foods and Drugs", *Anal. Chem.*, 1982, 54, 67A–76A.
  2. Europeiska kommissionens rapport om sambandet mellan analysresultaten, mätosäkerheten, utbytesfaktorerna och bestämmelserna i EU:s livsmedelslagstiftning (*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*, redigerad av M. Thompson och R. Wood, *Pure Appl. Chem.*, 1993, 65, 2123-2144 (också publicerad i *J. AOAC International*, 1993, 76, 926).
  4. ISO/AOAC/IUPAC *International Harmonised Guidelines for Internal Quality Control in Analytical Chemical Laboratories*, redigerad av M. Thompson och R. Wood, *Pure Appl. Chem.*, 1995, 67, 649–666.
-