

32001L0022

16.3.2001

ÚŘEDNÍ VĚSTNÍK EVROPSKÝCH SPOLEČENSTVÍ

L 77/14

SMĚRNICE KOMISE 2001/22/ES**ze dne 8. března 2001,****kteřou se stanoví metody odběru vzorků a metody analýzy pro úřední kontrolu dodržování maximálních limitů olova, kadmia, rtuti a 3-MCPD v potravinách****(Text s významem pro EHP)**

KOMISE EVROPSKÝCH SPOLEČENSTVÍ,

s ohledem na Smlouvu o založení Evropského společenství,

s ohledem na směrnici Rady 85/591/EHS ze dne 20. prosince 1985 o zavedení metod Společenství pro odběr vzorků a analýzu pro sledování potravin určených k lidské spotřebě ⁽¹⁾, a zejména na článek 1 uvedené směrnice,

vzhledem k těmto důvodům:

(1) Nařízení Rady (EHS) č. 315/93 ze dne 8. února 1998, kterým se stanoví postupy Společenství pro kontrolu kontaminujících látek v potravinách ⁽²⁾, stanoví, že pro některé kontaminující látky musí být z důvodu ochrany veřejného zdraví stanoveny maximální limity.

(2) Nařízení Komise (ES) č. 466/2001 ze dne 8. března 2001, kterým se stanoví maximální limity některých kontaminujících látek v potravinách ⁽³⁾, stanoví mimo jiné maximální limity pro olovo, kadmium, rtuť a 3-monochlorpropan-1,2-diol (3-MCPD) v potravinách a odkazuje na předpisy, jež stanoví metody odběru vzorků a metody analýzy, které mají být použity.

(3) Směrnice Rady 89/397/EHS ze dne 14. června 1989 o úředním dozoru nad potravinami ⁽⁴⁾ stanoví obecné zásady výkonu dozoru nad potravinami. Směrnice Rady 93/99/EHS ze dne 29. října 1993 o doplňujících opatřeních týkajících se úředního dozoru nad potravinami ⁽⁵⁾ zavádí systém norem jakosti pro laboratoře pověřené členskými státy úředním dozorem nad potravinami.

(4) Metody odběru vzorků hrají rozhodující roli při získávání reprezentativních výsledků při stanovení množství kontaminujících látek, které mohou být v šarži rozloženy nestejně.

(5) Ve směrnici 85/591/EHS byla stanovena obecná kritéria pro metody odběru vzorků a metody analýzy, v některých případech je však nezbytné stanovit zvláštní kritéria, aby laboratoře pověřené kontrolou používaly metody analýzy se srovnatelnými pracovními charakteristikami.

(6) Ustanovení týkající se metod odběru vzorků a metod analýzy byla vypracována na základě současných znalostí a mohou být přizpůsobena pokroku ve vědeckých a technických znalostech.

(7) Opatření této směrnice jsou v souladu se stanoviskem Stálého výboru pro potraviny,

PŘIJALA TUTO SMĚRNICI:

Článek 1

Členské státy přijmou veškerá nezbytná opatření, aby byly odběry vzorků pro úřední kontrolu množství olova, kadmia, rtuti a 3-MCPD v potravinách prováděny v souladu s metodami popsány v příloze I této směrnice.

Článek 2

Členské státy přijmou veškerá nezbytná opatření, aby příprava vzorků a metody analýzy použité pro úřední kontrolu množství olova, kadmia, rtuti a 3-MCPD v potravinách splňovala kritéria popsána v příloze II této směrnice.

⁽¹⁾ Úř. věst. L 372, 31.12.1985, s. 50.

⁽²⁾ Úř. věst. L 37, 13.2.1993, s. 1.

⁽³⁾ Úř. věst. L 77, 16.3.2001, s. 1.

⁽⁴⁾ Úř. věst. L 186, 30.6.1989, s. 23.

⁽⁵⁾ Úř. věst. L 290, 24.11.1993, s. 14.

Článek 3

Členské státy uvedou v účinnost právní a správní předpisy nezbytné pro dosažení souladu s touto směrnicí nejpozději do 5. dubna 2003. Neprodleně o nich uvědomí Komisi.

Tato opatření přijatá členskými státy musí obsahovat odkaz na tuto směrnici nebo musí být takový odkaz učiněn při jejich úředním vyhlášení. Způsob odkazu si stanoví členské státy.

Článek 4

Tato směrnice vstupuje v platnost dvacátým dnem po vyhlášení v *Úředním věstníku Evropských společenství*.

Tato směrnice je určena členskými státy.

V Bruselu dne 8. března 2001.

Za Komisi
David BYRNE
člen Komise

PŘÍLOHA I

**METODY ODBĚRU VZORKŮ PRO ÚŘEDNÍ KONTROLU MNOŽSTVÍ OLOVA, KADMIA, RTUTI
A 3-MCPD V URČITÝCH POTRAVINÁCH****1. ÚČEL A OBLAST PŮSOBNOSTI**

Vzorky určené pro úřední kontrolu množství olova, kadmia, rtuti a 3-MCPD v potravinách musí být odebírány níže uvedenými metodami. Takto získané souhrnné vzorky mají být považovány za reprezentativní pro šarže nebo části šarží, z nichž byly odebrány. Dodržení maximálních limitů stanovených v nařízení (ES) č. 466/2001 se určuje na základě množství zjištěného v laboratorních vzorcích.

2. DEFINICE

Šarže:	identifikovatelné množství potravinové komodity dodané ve stejném okamžiku, které má podle úředníka jednotné vlastnosti, jakými jsou původ, druh, typ obalu, balírna, zaslátel nebo označení. U ryb musí být srovnatelná také velikost ryby.
Část šarže:	určitá část velké šarže vyčleněná k tomu, aby z ní byl proveden odběr vzorků. Každá část šarže musí být fyzicky samostatná a identifikovatelná.
Dílčí vzorek:	množství materiálu odebrané z jednoho místa šarže nebo části šarže.
Souhrnný vzorek:	souhrn všech dílčích vzorků odebraných ze šarže nebo části šarže.
Laboratorní vzorek:	vzorek určený pro laboratorní vyšetření.

3. OBECNÁ USTANOVENÍ**3.1 Pracovníci**

Odběr vzorků musí být proveden oprávněným pracovníkem podle předpisů členských států.

3.2 Materiál, který má být odebrán

Každá šarže, která má být analyzována, musí být vzorkována samostatně.

3.3 Preventivní opatření

Při odběru vzorků a při přípravě laboratorních vzorků musí být provedena předběžná opatření s cílem zabránit jakýmkoli změnám, které by mohly ovlivnit množství olova, kadmia, rtuti a 3-MCPD, nepříznivě ovlivnit analytické stanovení nebo znehodnotit reprezentativnost souhrnných vzorků.

3.4 Dílčí vzorky

Dílčí vzorky se odeberou pokud možno z různých míst celé šarže nebo části šarže. Odchytky od toho postupu musí být zaznamenány v protokolu podle bodu 3.8.

3.5 Příprava souhrnného vzorku

Souhrnný vzorek se připraví sdružením všech dílčích vzorků. Měl by mít hmotnost nejméně 1 kg, pokud to není neproveditelné, např. provádí-li se odběr z jednoho balení.

3.6 Rozdělení souhrnného vzorku na laboratorní vzorky pro účely provedení kontroly, obchodní (ochranné) a rozhodčí účely

Laboratorní vzorky pro účely provedení kontroly, obchodní (ochranné) a rozhodčí účely se odeberou ze zhomogenizovaného souhrnného vzorku, pokud to není v rozporu s předpisy členských států o odběru vzorků. Laboratorní vzorky pro účely provedení kontroly musí mít velikost dostatečnou alespoň pro provedení opakované analýzy.

3.7 Balení a přeprava souhrnných a laboratorních vzorků

Každý souhrnný a laboratorní vzorek se uloží do čisté nádoby z inertního materiálu, která poskytuje dostatečnou ochranu před kontaminací, ztrátou analytu adsorpcí na vnitřních stěnách nádoby a před poškozením při přepravě. Musí být přijata všechna nezbytná předběžná opatření s cílem zabránit změně složení souhrnných a laboratorních vzorků, ke které může dojít při přepravě nebo skladování.

3.8 Uzavření a označení souhrnných a laboratorních vzorků

Každý vzorek odebraný k úředním účelům se uzavře na místě odběru a označí se podle předpisů členského státu. O každém odběru vzorků musí být vystaven protokol, který umožní jednoznačnou identifikaci šarže a v kterém musí být uvedeny den a místo odběru vzorků a další údaje, které mohou být pro analytika užitečné.

4. PLÁNY ODBĚRU VZORKŮ

Odběr vzorků by měl být v ideálním případě proveden v místě, kde komodita vstupuje do potravního řetězce a kde lze rozlišit jednotlivou šarži. Použitá metoda odběru vzorků má zajistit, aby byl souhrnný vzorek reprezentativní pro kontrolovanou šarži.

4.1 Počet dílčích vzorků

U tekutých výrobků, u nichž lze předpokládat rovnoměrné rozložení dané kontaminující látky v celé šarži, stačí z každé šarže odebrat jeden dílčí vzorek, který bude souhrnným vzorkem. Uvede se číslo šarže. Tekuté výrobky obsahující hydrolyzované rostlinné bílkoviny (HRB) nebo tekutou sójovou omáčku se mají před odběrem dílčího vzorku dobře protřepat nebo zhomogenizovat jiným vhodným způsobem.

Pro ostatní produkty je minimální počet dílčích vzorků, který má být odebrán z šarže, uveden v tabulce 1. Dílčí vzorky musí mít přibližně stejnou hmotnost. Odchyly od toho postupu musí být zaznamenány v protokolu podle bodu 3.8.

Tabulka 1: Minimální počet dílčích vzorků, které mají být odebrány ze šarže

Hmotnost šarže (kg)	Minimální počet dílčích vzorků, které mají být odebrány
< 50	3
50 až 500	5
> 500	10

Sestává-li šarže z jednotlivých balení, je počet balení, která mají být odebrána, aby vytvořila souhrnný vzorek, uveden v tabulce 2.

Tabulka 2: Počet balení (dílků vzorků), která tvoří souhrnný vzorek, sestává-li šarže z jednotlivých balení

Počet balení nebo jednotek v šarži	Počet balení nebo jednotek, které mají být odebrány
1 až 25	1 balení nebo jednotka
26 až 100	asi 5 %, nejméně 2 balení nebo jednotky
> 100	asi 5 %, nejvýše 10 balení nebo jednotek

5. DODRŽENÍ MAXIMÁLNÍCH LIMITŮ V ŠARŽI NEBO V ČÁSTI ŠARŽE

Kontrolní laboratoř provede nejméně dvě nezávislé analýzy laboratorního vzorku a vypočte průměr z obou výsledků. Šarže se přijme, nepřekročí-li průměr příslušný maximální limit stanovený v nařízení (ES) č. 466/2001. Šarže se nepřijme, překročí-li průměr příslušný maximální limit.

PŘÍLOHA II

PŘÍPRAVA VZORKŮ A KRITÉRIA PRO METODY ANALÝZY POUŽITÉ PŘI ÚŘEDNÍ KONTROLE
MNOŽSTVÍ OLOVA, KADMIA, RTUTI A 3-MCPD V URČITÝCH POTRAVINÁCH

1. ÚVOD

Základním požadavkem je získat reprezentativní a homogenní laboratorní vzorek, aniž by došlo k sekundární kontaminaci.

2. SPECIFICKÉ POSTUPY PŘÍPRAVY VZORKU PRO OLOVO, KADMIUM A RTUŤ

Existuje mnoho uspokojivých specifických postupů přípravy vzorku, které mohou být pro zkoumané výrobky použity. Postupy uvedené v návrhu normy CEN „Potraviny — Stanovení stopových prvků — Požadavky na účinnost a všeobecné úvahy“ se ukázaly jako uspokojivé^(a), ale správné mohou být i jiné postupy.

U každého postupu musí být dodržena tato pravidla:

- měkkýši, koryši a malé ryby: pokud se jedí celé, musí být vnitřnosti součástí materiálu, který má být analyzován,
- zelenina: analyzuje se pouze jedlá část s ohledem na požadavky nařízení (ES) č. 466/2001.

3. METODY ANALÝZY, KTERÉ MÁ LABORATOŘ POUŽÍT, A POŽADAVKY NA ŘÍZENÍ LABORATOŘE

3.1 Definice

Níže je uvedeno několik nejběžnějších definic, které musí laboratoř použít:

r = opakovatelnost: hodnota, pod níž bude podle očekávání s danou pravděpodobností (obvykle 95 %) absolutní hodnota rozdílu výsledků dvou samostatných stanovení za podmínek opakovatelnosti (tj. stejný vzorek, stejný pracovník, stejná aparatura, stejná laboratoř, stanovení krátce po sobě); $r = 2,8 \times s_r$;

s_r = směrodatná odchylka vypočtená z výsledků získaných za podmínek opakovatelnosti;

RSD_r = relativní směrodatná odchylka vypočtená z výsledků získaných za podmínek opakovatelnosti $[(s_r/\bar{x}) \times 100]$, kde \bar{x} je průměr výsledků ze všech laboratoří a vzorků;

R = reprodukovatelnost: hodnota, pod níž bude podle očekávání s danou pravděpodobností (obvykle 95 %) absolutní hodnota rozdílu výsledků dvou samostatných stanovení za podmínek reprodukovatelnosti (tj. stejný materiál získaný pracovníky různých laboratoří, za použití standardizované metody); $R = 2,8 \times s_R$;

s_R = směrodatná odchylka vypočtená z výsledků za podmínek reprodukovatelnosti;

$RSD_R =$ relativní směrodatná odchylka vypočtená z výsledků získaných za podmínek reprodukovatelnosti $[(s_R/\bar{x}) \times 100]$;

$HORRAT_r =$ zjištěná hodnota RSD_r dělená hodnotou RSD_r odvozenou z Horwitzovy rovnice za předpokladu $r = 0,66 R$;

$HORRAT_R =$ zjištěná hodnota RSD_R dělená hodnotou RSD_R vypočtenou z Horwitzovy rovnice ^(b).

3.2 Obecné požadavky

Metody analýzy použité pro účely kontroly potravin musí být, kdykoli je to možné, v souladu s odstavci 1 a 2 přílohy směrnice 85/591/EHS.

Pro stanovení obsahu olova ve víně je stanovena metoda uvedená v kapitole 35 přílohy nařízení Komise (EHS) č. 2676/90 ⁽¹⁾, kterým se stanoví metody Společenství používané pro rozbor vín.

3.3 Specifické požadavky

3.3.1 Analýzy olova, kadmia a rtuti

Specifické metody pro stanovení množství olova, kadmia nebo rtuti nejsou předepsány. Laboratoře použijí validované metody, které splňují pracovní kritéria uvedená v tabulce 3. Zkušební materiály použité v okruhovém testu laboratoří za účelem validace by měly podle možnosti obsahovat homologovaný referenční materiál.

Tabulka 3: Pracovní kritéria metod analýzy olova, kadmia a rtuti

Kritéria	Hodnota/komentář
Použitelnost	Potraviny uvedené v nařízení (ES) č. 466/2001
Mez detekce	Nesmí být vyšší než jedna desetina maximálního limitu podle nařízení (ES) č. 466/2001, pokud není pro olovo uveden maximální limit nižší než 0,1 mg/kg. V tomto případě nesmí být vyšší než jedna pětina uvedeného maximálního limitu
Mez stanovitelnosti	Nesmí být vyšší než jedna pětina maximálního limitu podle nařízení (ES) č. 466/2001, pokud není pro olovo uveden maximální limit nižší než 0,1 mg/kg. V tomto případě nesmí být vyšší než dvě pětiny uvedeného maximálního limitu
Přesnost	hodnoty $HORRAT_r$ nebo $HORRAT_R$ podle validačního okruhového testu musí být nižší než 1,5
Výtěžnost	80-120 % (podle validačního okruhového testu)
Specifičnost	Bez interferencí matrice nebo spektrálních interferencí

3.3.2 Analýza 3-MCPD

Specifické metody pro stanovení množství 3-MCPD nejsou předepsány. Laboratoře použijí validovanou metodu, která splňuje pracovní kritéria uvedená v tabulce 4. Zkušební materiály použité v okruhovém testu laboratoří za účelem validace by měly podle možnosti obsahovat homologovaný referenční materiál. Specifická metoda byla validována v okruhovém testu a odpovídá požadavkům uvedeným v tabulce 4 ^(c).

⁽¹⁾ Úř. věst. L 272, 3.10.1990, s. 1.

Tabulka 4: Pracovní kritéria metod pro analýzu 3-MCPD

Kritéria	Doporučená hodnota	Koncentrace
Slepý vzorek	Nižší než mez detekce	—
Výtěžnost	75-110 %	Celý rozsah koncentrací
Mez stanovitelnosti	10 (nebo méně) µg/kg, vztaženo na sušinu	—
Směrodatná odchylka signálu slepého vzorku	Méně než 4 µg/kg	—
Vnitřní odhady přesnosti — směrodatná odchylka opakovaných měření při různých koncentracích	< 4 µg/kg < 6 µg/kg < 7 µg/kg < 8 µg/kg < 15 µg/kg	20 µg/kg 30 µg/kg 40 µg/kg 50 µg/kg 100 µg/kg

3.4 Odhad správnosti analýzy a výpočet výtěžnosti

Pokud je to možné, odhadne se správnost analýzy tak, že se vhodné homologované referenční materiály zahrnou do kontrolní analýzy.

Mimoto se přihlíží k „Harmonised Guidelines for the Use of Recovery Information in Analytical Measurement“ (Harmonizovaným pokynům pro použití informací o výtěžnosti při analytických měřeních) ^(d), vypracovaným pod záštitou IUPAC/ISO/AOAC.

Uvede se výsledek analýzy korigovaný nebo nekorigovaný na výtěžnost. Musí být uveden způsob uvedení výtěžnosti a její hodnota.

3.5 Normy jakosti pro laboratoře

Laboratoře musí splňovat požadavky směrnice 93/99/EHS.

3.6 Vyjádření výsledků

Výsledky se vyjadřují ve stejných jednotkách jako maximální limity podle nařízení (ES) č. 466/2001.

LITERATURA

- ^(a) Návrh normy prEN 13804 „Potraviny — Stanovení stopových prvků — Pracovní kritéria a všeobecné úvahy“, CEN, Rue de Stassart/Stassartstraat 36, B-1050 Brusel.
- ^(b) W. Horwitz, „Evaluation of Analytical Methods for Regulation of Foods and Drugs“, *Anal. Chem.*, 1982, č. 54, 67A-76A.
- ^(c) Method of Analysis to determine 3-Monochloropropane-1,2-Diol in Food and Food Ingredients using Mass Spectrometric Detection, předloženo CEN TC 275 a AOAC International (dostupné také jako „Report of the Scientific Cooperation task 3.2.6: Provision of validated methods to support the Scientific Committee on Food's recommendations regarding 3-MCPD in hydrolysed protein and other foods“).
- ^(d) ISO/AOAC/IUPAC Harmonised Guidelines for the Use of Recovery Information in Analytical Measurement. Edited Michael Thompson, Steven L. R. Ellison, Ales Fajgelj, Paul Willetts a Roger Wood, *Pure Appl. Chem.*, 1999, č. 71, 337-348.