

KOMMISSIONENS DIREKTIV 2005/10/EF

af 4. februar 2005

om prøveudtagnings- og analysemetoder til offentlig kontrol af indholdet af benzo(a)pyren i levnedsmidler

(EØS-relevant tekst)

KOMMISSIONEN FOR DE EUROPÆISKE FÆLLESSKABER HAR —

UDSTEDT FØLGENDE DIREKTIV:

under henvisning til traktaten om oprettelse af Det Europæiske Fællesskab,

under henvisning til Rådets direktiv 85/591/EØF af 20. december 1985 om indførelse af fælles prøveudtagnings- og analysemetoder til kontrol af levnedsmidler⁽¹⁾, særlig artikel 1, og

ud fra følgende betragtninger:

- (1) Ved Kommissionens forordning (EF) nr. 466/2001 af 8. marts 2001 om fastsættelse af grænseværdier for bestemte forurenende stoffer i levnedsmidler⁽²⁾ er der fastsat grænseværdier for benzo(a)pyren, og der henvises deri til bestemmelserne om, hvilke prøveudtagnings- og analysemetoder der skal anvendes.
- (2) Ved Rådets direktiv 93/99/EØF af 29. oktober 1993 om supplerende bestemmelser vedrørende offentlig kontrol med levnedsmidler⁽³⁾ er der indført en ordning med kvalitetsnormer for de laboratorier, som medlemsstaterne betror den offentlige kontrol med levnedsmidler.
- (3) Der bør fastsættes generelle kriterier, som analysemetoder skal opfylde, for at det kan sikres, at de laboratorier, der står for kontrollen, anvender analysemetoder med samme grad af pålidelighed. Det er ligeledes af stor betydning, at analyseresultater indberettes og fortolkes på en ensartet måde for at sikre ensartet håndhævelse. Sådanne fortolkningsregler skal gælde for analyseresultater fra prøver udtaget ved offentlig kontrol. For analyser til beskyttelse eller til referenceformål anvendes nationale regler.
- (4) De i dette direktiv fastsatte foranstaltninger er i overensstemmelse med udtalelse fra Den Stående Komité for Fødevarerækeden og Dyresundhed —

Artikel 1

Medlemsstaterne træffer alle de nødvendige foranstaltninger til at sikre, at prøveudtagningen til offentlig kontrol af indholdet af benzo(a)pyren i levnedsmidler udføres efter de metoder, der er beskrevet i bilag I til dette direktiv.

Artikel 2

Medlemsstaterne træffer alle de nødvendige foranstaltninger til at sikre, at forberedelsen af prøver og de analysemetoder, der anvendes ved offentlig kontrol af indholdet af benzo(a)pyren i levnedsmidler, opfylder kriterierne i bilag II til dette direktiv.

Artikel 3

Medlemsstaterne sætter de nødvendige love og administrative bestemmelser i kraft for at efterkomme dette direktiv senest 12 måneder efter offentliggørelsen. De tilsender straks Kommissionen disse bestemmelser med en sammenligningstabel, som viser sammenhængen mellem de pågældende bestemmelser og dette direktiv.

Bestemmelserne skal ved vedtagelsen indeholde en henvisning til dette direktiv eller skal ved offentliggørelsen ledsages af en sådan henvisning. De nærmere regler for henvisningen fastsættes af medlemsstaterne.

Artikel 4

Dette direktiv træder i kraft på tyvendedagen efter offentliggørelsen i *Den Europæiske Unions Tidende*.

Dette direktiv er rettet til medlemsstaterne.

Udfærdiget i Bruxelles, den 4. februar 2005.

På Kommissionens vegne
Markos KYPRIANOU
Medlem af Kommissionen

⁽¹⁾ EFT L 372 af 31.12.1985, s. 50. Ændret ved Europa-Parlamentets og Rådets forordning (EF) nr. 1882/2003 (EUT L 284 af 31.10.2003, s. 1).

⁽²⁾ EFT L 77 af 16.3.2001, s. 1. Senest ændret ved forordning (EF) nr. 208/2005 (Se side 3 i denne EUT).

⁽³⁾ EFT L 290 af 24.11.1993, s. 14. Ændret ved forordning (EF) nr. 1882/2003.

BILAG I

PRØVEUDTAGNINGSMETODER, DER ANVENDES VED OFFENTLIG KONTROL AF INDHOLDET AF BENZO(A)PYREN I LEVNEDSMIDLER**1. Formål og anvendelsesområde**

Prøver til offentlig kontrol af indholdet af benzo(a)pyren i levnedsmidler udtages efter de metoder, der er beskrevet nedenfor. De derved fremkomne samlede prøver betragtes som repræsentative for partierne. På grundlag af det indhold, der er konstateret i laboratorieprøverne, fastslås det, om grænseværdierne i forordning (EF) nr. 466/2001 er overholdt.

2. Definitioner

»Parti«: en identificerbar mængde af et levnedsmiddel, der leveres på én gang, og hvorom det ved den offentlige kontrol konstateres, at det har fælles kendetegn såsom oprindelse, art, emballagetype, emballeringsvirksomhed, afsender eller mærker.

»Delparti«: del af et parti, der udvælges med henblik på anvendelse af prøveudtagningsmetoden. Hvert delparti skal være fysisk adskilt og identificerbart.

»Enkeltprøve«: en materialemængde, der udtages fra et enkelt sted i partiet eller delpartiet.

»Samlet prøve«: det materiale, der fremkommer ved, at man samler alle enkeltprøverne fra partiet eller delpartiet.

»Laboratorieprøve«: prøve bestemt til laboratoriet.

3. Almindelige bestemmelser**3.1. Personale**

Prøveudtagningen foretages af en af medlemsstaterne udpeget person.

3.2. Materiale til prøveudtagning

Prøveudtagningen af hvert parti, som skal undersøges, foregår separat.

3.3. Forholdsregler

Under prøveudtagningen og forberedelsen af prøverne skal der træffes forholdsregler for at undgå ændringer, som kan påvirke indholdet af benzo(a)pyren, have uheldig indflydelse på analyseresultatet eller gøre de samlede prøver urepræsentative.

3.4. Enkeltprøver

Enkeltprøver bør så vidt muligt udtages forskellige steder i hele partiet eller delpartiet. Afvigelser fra denne fremgangsmåde skal angives i prøveskemaet.

3.5. Forberedelse af den samlede prøve

Den samlede prøve sammensættes ved, at alle enkeltprøverne samles. Denne samlede prøve homogeniseres på laboratoriet, medmindre dette er uforeneligt med proceduren i punkt 3.6.

3.6. Kontraprøver

Kontraprøver, der udtages til laboratoriekontrol med henblik på håndhævelse af reglerne, til beskyttelse af handelen og til referenceformål, skal tages fra den homogeniserede samlede prøve, medmindre dette er i modstrid med medlemsstaternes forskrifter for prøveudtagning.

3.7. Emballering og forsendelse af prøver

Hver prøve skal anbringes i en ren beholder af inaktivt materiale, der giver tilstrækkelig beskyttelse mod forurening og mod beskadigelse under forsendelse. Alle de nødvendige forholdsregler skal træffes for at undgå ændringer i prøvens sammensætning under transport eller opbevaring.

3.8. Forsegling og mærkning af prøver

Hver prøve, der udtages til officiel brug, skal forsegles på prøveudtagningsstedet og identificeres i henhold til medlemsstaternes forskrifter.

Der skal udarbejdes et skema over hver enkelt prøveudtagning, således at hvert parti entydigt kan identificeres, med angivelse af dato og sted for prøveudtagningen samt eventuelle yderligere oplysninger, som kan være til hjælp for laboratoriet.

4. Prøveudtagningsplaner

Den anvendte prøveudtagningsmetode skal sikre, at den samlede prøve er repræsentativ for det parti, der skal kontrolleres.

4.1. Antal enkeltprøver

For så vidt angår olier, hvor det kan antages, at forekommende benzo(a)pyren er fordelt ensartet i et givet parti, er det tilstrækkeligt at udtage tre enkeltprøver pr. parti, der udgør den samlede prøve. Der skal angives en reference til partinummeret. Kommissionens forordning (EF) nr. 1989/2003 indeholder yderligere oplysninger om udtagning af prøver af olivenolie og olie af olivenpresserester⁽¹⁾.

For de øvrige produkter er mindsteantallet af enkeltprøver, der skal udtages fra partiet, angivet i tabel 1. Enkeltprøverne skal have samme vægt og hver især veje mindst 100 g, så den samlede prøve er på ikke under 300 g (jf. punkt 3.5).

TABEL 1

Mindsteantallet af enkeltprøver, der skal udtages fra partiet

Partiets vægt (kg)	Mindsteantal enkeltprøver, der skal udtages
< 50	3
50 til 500	5
> 500	10

Hvis partiet består af enkeltpakninger, skal der for at danne den samlede prøve udtages det antal pakninger, der er fastsat i tabel 2.

TABEL 2

Antal pakninger (enkeltp prøver), der for at danne den samlede prøve skal udtages, hvis partiet består af enkeltpakninger

Antal pakninger eller enheder i partiet eller delpartiet	Antal pakninger eller enheder, der skal udtages
1 til 25	1 pakning eller enhed
26 til 100	Ca. 5 %, dog mindst 2 pakninger eller enheder
> 100	Ca. 5 %, dog højst 10 pakninger eller enheder

4.2. Prøveudtagning i detailledet

Udtagning af prøver af levnedsmidler i detailledet bør om muligt ske i overensstemmelse med ovenstående bestemmelser for prøveudtagning. Hvis det ikke er muligt, kan andre effektive procedurer for prøveudtagning i detailledet anvendes, hvis de sikrer, at prøveudtagningen er tilstrækkeligt repræsentativ.

5. Partiets eller delpartiets overensstemmelse med kravene

Kontrollaboratoriet analyserer laboratorieprøverne til håndhævelse af reglerne ved to analyser, hvis resultatet af den første analyse afviger med under 20 % i forhold til grænseværdien, og beregner i disse tilfælde middelværdien.

Partiet godkendes, hvis resultatet af den første analyse eller, hvis det er nødvendigt med to analyser, middelværdien ikke overstiger den pågældende grænseværdi (fastsat i forordning (EF) nr. 466/2001), idet der tages hensyn til måleusikkerheden og korrektion for genfindning.

Partiet overholder ikke grænseværdien (fastsat i forordning (EF) nr. 466/2001), hvis resultatet af den første analyse eller, hvis det er nødvendigt med to analyser, middelværdien uden nogen tvivl overstiger grænseværdien, når der tages hensyn til måleusikkerheden og korrektion for genfindning.

⁽¹⁾ EUT L 295 af 13.11.2003, s. 57.

BILAG II

FORBEREDELSE AF PRØVER OG KRITERIER FOR ANALYSEMETODER, DER ANVENDES VED OFFENTLIG KONTROL AF INDHOLDET AF BENZO(A)PYREN I LEVNEDSMIDLER**1. Forholdsregler og almindelige overvejelser vedrørende benzo(a)pyren i prøver af levnedsmidler**

Det grundlæggende krav er, at der skal udtages en repræsentativ og ensartet laboratorieprøve, uden at der påføres sekundær forurening.

Laboranten sikrer, at prøver ikke forurenes under forberedelsen. Beholdere rengøres før brug med højren acetone eller hexan (p.a., HPLC-kvalitet eller tilsvarende) for at minimere risikoen for forurening. Udstyr, der kommer i kontakt med prøven, skal så vidt muligt være fremstillet af et inaktivt materiale såsom aluminium, glas eller poleret rustfrit stål. Plastik såsom polypropylen, PTFE osv. bør ikke anvendes, da analytten kan opsuges på disse materialer.

Alt det udtagne materiale, laboratoriet modtager, skal anvendes til forberedelse af prøvemateriale. Kun meget fint homogeniserede prøver giver reproducerbare resultater.

Der findes mange tilfredsstillende særlige procedurer for prøveforberedelse, som kan anvendes.

2. Behandling af prøven på laboratoriet efter modtagelsen

Den samlede prøve finmales (hvis det er relevant) og blandes grundigt efter en metode, for hvilken det er godtgjort, at den sikrer fuldstændig homogenisering.

3. Underopdeling af prøver til håndhævelses- og beskyttelsesformål

Kontraprøver, der udtages med henblik på håndhævelse, til beskyttelse af handelen og til referenceformål, skal tages fra det homogeniserede materiale, medmindre dette er i strid med medlemsstaternes regler for prøveudtagning.

4. Analysemetode, der skal anvendes af laboratoriet, og krav til laboratoriekontrol**4.1. Definitioner**

Nogle af de mest almindeligt brugte definitioner, som laboratoriet skal anvende, er følgende:

$r =$ Repeterbarhed: den værdi, under hvilken den absolutte forskel mellem to individuelle prøveresultater, der er opnået under repeterbarhedsforhold (dvs. samme prøve, samme person, samme apparatur, samme laboratorium og kort tidsinterval), kan forventes at ligge inden for en bestemt sandsynlighed (typisk 95 %), og derfor er $r = 2.8 \times s_r$.

$s_r =$ Standardafvigelse beregnet ud fra resultater, der er fremkommet under repeterbarhedsforhold.

$RSD_r =$ Relativ standardafvigelse beregnet ud fra resultater, der er fremkommet under repeterbarhedsforhold $[(s_r/\bar{x}) \times 100]$.

$R =$ Reproducerbarhed: den værdi, under hvilken den absolutte forskel mellem de individuelle prøve-resultater, der er fremkommet under reproducerbarhedsforhold (dvs. som er opnået af personer på forskellige laboratorier ved hjælp af den standardiserede testmetode med identisk materiale), kan forventes at ligge inden for en bestemt sandsynlighed (typisk 95 %); $R = 2.8 \times s_R$.

$s_R =$ Standardafvigelse beregnet ud fra resultater, der er fremkommet under reproducerbarhedsforhold.

$RSD_R =$ Relativ standardafvigelse beregnet ud fra resultater, der er fremkommet under reproducerbarhedsforhold $[(s_R/\bar{x}) \times 100]$, hvor \bar{x} er gennemsnittet af resultaterne for alle laboratorier og prøver.

$HORRAT_r =$ Den observerede RSD_r divideret med RSD_r -værdien, som er beregnet på grundlag af Horwitz-ligningen (ref. 1), og hvor det antages, at $r = 0,66R$.

$HORRAT_R =$ Den observerede RSD_R divideret med RSD_R -værdien, som er beregnet på grundlag af Horwitz-ligningen.

$U =$ Den ekspanderede usikkerhed, hvor der anvendes en dækningsfaktor på 2, som giver et konfidensniveau på ca. 95 %.

4.2. *Generelle krav*

Analysemetoder, der anvendes ved levnedsmiddelkontrol, skal være i overensstemmelse med punkt 1 og 2 i bilaget til Rådets direktiv 85/591/EØF.

4.3. *Særlige krav*

Når der ikke på fællesskabsplan er fastsat særlige metoder til bestemmelse af indholdet af benzo(a)pyren i levnedsmidler, kan laboratorierne selv vælge en valideret metode, der opfylder kravene i tabellen. Ved valideringen skal der helst inddrages certificeret referencemateriale.

TABEL

Krav til analysemetoder for benzo(a)pyren

Parameter	Værdi/bemærkning
Anvendelsesområde	Levnedsmidler, der er omhandlet i forordning (EF) nr. .../2005
Detektionsgrænse	Højst 0,3 µg/kg
Bestemmelsesgrænse	Højst 0,9 µg/kg
Præcision	HORRAT _r eller HORRAT _R -værdier på mindre end 1,5 i ringtesten
Genfinding	50 %-120 %
Specificitet	Uden matrix eller spektral interferens, verifikation af positiv detektion

4.3.1. *Krav til analysemetoderne — Usikkerhedsmetode*

Der kan imidlertid også anvendes en usikkerhedsmetode for at vurdere, om den analysemetode, som laboratoriet har til hensigt at anvende, er egnet. Laboratoriet kan bruge en metode, hvorved der fremkommer resultater inden for en maksimal standardusikkerhed. Den maksimale standardusikkerhed kan beregnes ved at anvende følgende formel:

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

hvor:

U_f er den maksimale standardusikkerhed

LOD er metodens detektionsgrænse

C er den relevante koncentration.

Hvis en analysemetode giver resultater med en målesikkerhed, der er mindre end den maksimale standardusikkerhed, skal metoden ligestilles med andre metoder, der opfylder kravene i tabel.

4.4. *Genfindingsberegning og indberetning af resultater*

Analyseresultatet skal oplyses, korrigeret eller ikke korrigeret for genfinding. Rapporteringsmetode og genfindingsniveau skal oplyses. Analyseresultatet korrigeret for genfinding anvendes til at kontrollere, om kravet overholdes (jf. bilag I, punkt 5).

Laboranten bør tage hensyn til »European Commission Report on the relationship between analytical results, the measurement of uncertainty, recovery factors and the provisions in EU food legislation« (ref. 2).

Analyseresultatet skal indberettes som $x \pm U$, hvor x er analyseresultatet og U er målesikkerheden.

4.5. *Laboratoriekvalitetsnormer*

Laboratorierne skal opfylde kravene i direktiv 93/99/EØF.

4.6. *Andre overvejelser i forbindelse med analysen***Præstationsprøvning**

Deltagelse i relevante præstationsprøvningsordninger, der er i overensstemmelse med »International Harmonised Protocol for the Proficiency Testing of (Chemical) Analytical Laboratories« (ref. 3), der er udarbejdet i IUPAC/ISO/AOAC's regi.

Intern kvalitetskontrol

Laboratorierne bør kunne godtgøre, at de har iværksat interne kvalitetskontrolprocedurer. »ISO/AOAC/IUPAC Guidelines on Internal Quality Control in Analytical Chemistry Laboratories« (ref. 4) giver eksempler på sådanne procedurer.

REFERENCER

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*, redigeret af M. Thompson og R. Wood, Pure Appl. Chem., 1993, 65, 2123-2144 (Også offentliggjort i J. AOAC International, 1993, 76, 926).
 4. ISO/AOAC/IUPAC *International Harmonised Guidelines for Internal Quality Control in Analytical Chemistry Laboratories*, redigeret af M. Thompson og R. Wood, Pure Appl. Chem., 1995, 67, 649-666.
-