

RICHTLINIE 2005/10/EG DER KOMMISSION**vom 4. Februar 2005****zur Festlegung der Probenahmeverfahren und Analysemethoden für die amtliche Kontrolle der Benzo(a)pyren-Gehalte in Lebensmitteln****(Text von Bedeutung für den EWR)**

DIE KOMMISSION DER EUROPÄISCHEN GEMEINSCHAFTEN —

HAT FOLGENDE RICHTLINIE ERLASSEN:

gestützt auf den Vertrag zur Gründung der Europäischen Gemeinschaft,

Artikel 1

Die Mitgliedstaaten tragen dafür Sorge, dass die Probenahme für die amtliche Kontrolle der Benzo(a)pyren-Gehalte in Lebensmitteln nach den in Anhang I dieser Richtlinie beschriebenen Verfahren durchgeführt wird.

gestützt auf die Richtlinie 85/591/EWG des Rates vom 20. Dezember 1985 zur Einführung gemeinschaftlicher Probenahmeverfahren und Analysemethoden für die Kontrolle von Lebensmitteln⁽¹⁾, insbesondere auf Artikel 1,

Artikel 2

Die Mitgliedstaaten tragen dafür Sorge, dass die Probenvorbereitung und die angewendeten Analysemethoden für die amtliche Kontrolle der Benzo(a)pyren-Gehalte in Lebensmitteln die in Anhang II dieser Richtlinie beschriebenen Kriterien erfüllen.

in Erwägung nachstehender Gründe:

Artikel 3

Die Mitgliedstaaten erlassen die erforderlichen Rechts- und Verwaltungsvorschriften, um dieser Richtlinie binnen 12 Monaten nach ihrer Veröffentlichung nachzukommen. Sie teilen der Kommission unverzüglich den Wortlaut dieser Rechtsvorschriften mit und fügen eine Entsprechungstabelle dieser Rechtsvorschriften und der vorliegenden Richtlinie bei.

(1) Mit der Verordnung (EG) Nr. 466/2001 der Kommission vom 8. März 2001 zur Festsetzung der Höchstgehalte für bestimmte Kontaminanten in Lebensmitteln⁽²⁾ werden Höchstgehalte für Benzo(a)pyren festgelegt und Maßnahmen zur Festlegung der einzusetzenden Probenahmeverfahren und Analysemethoden vorgesehen.

(2) Mit der Richtlinie 93/99/EWG des Rates vom 29. Oktober 1993 über zusätzliche Maßnahmen im Bereich der amtlichen Lebensmittelüberwachung⁽³⁾ wird eine Regelung über Qualitätsnormen für die von den Mitgliedstaaten mit der amtlichen Lebensmittelüberwachung betrauten Laboratorien eingeführt.

Bei Erlass dieser Vorschriften nehmen die Mitgliedstaaten in den Vorschriften selbst oder durch einen Hinweis bei der amtlichen Veröffentlichung auf diese Richtlinie Bezug. Die Mitgliedstaaten regeln die Einzelheiten dieser Bezugnahme.

Artikel 4

Diese Richtlinie tritt am zwanzigsten Tag nach ihrer Veröffentlichung im *Amtsblatt der Europäischen Union* in Kraft.

(3) Es erscheint notwendig, allgemeine Kriterien festzulegen, denen die Analysemethoden genügen müssen, damit die mit der Kontrolle beauftragten Laboratorien Analysemethoden mit vergleichbarem Leistungsniveau anwenden. Sehr wichtig ist auch, dass die Analyseergebnisse einheitlich angegeben und ausgewertet werden, damit ein harmonisiertes Vorgehen in der gesamten Europäischen Union sichergestellt wird. Diese Auswertungsvorschriften gelten für das Analyseergebnis der zur amtlichen Kontrolle entnommenen Probe. Im Fall einer Analyse zu Verteidigungs- oder Schiedszwecken gelten die einzelstaatlichen Bestimmungen.

Diese Richtlinie ist an die Mitgliedstaaten gerichtet.

(4) Die in dieser Richtlinie vorgesehenen Maßnahmen entsprechen der Stellungnahme des Ständigen Ausschusses für die Lebensmittelkette und Tiergesundheit —

Brüssel, den 4. Februar 2005

Im Namen der Kommission

Markos KYPRIANOU

Mitglied der Kommission

⁽¹⁾ ABl. L 372 vom 31.12.1985, S. 50. Richtlinie zuletzt geändert durch die Verordnung (EG) Nr. 1882/2003 des Europäischen Parlaments und des Rates (ABl. L 284 vom 31.10.2003, S. 1).

⁽²⁾ ABl. L 77 vom 16.3.2001, S. 1. Verordnung zuletzt geändert durch die Verordnung (EG) Nr. 208/2005 (siehe Seite 3 dieses Amtsblatts).

⁽³⁾ ABl. L 290 vom 24.11.1993, S. 14. Richtlinie zuletzt geändert durch die Verordnung (EG) Nr. 1882/2003.

ANHANG I

PROBENAHMEVERFAHREN FÜR DIE AMTLICHE KONTROLLE DER BENZO(A)PYREN-GEHALTE IN BESTIMMTEN LEBENSMITTELN**1. Zweck und Anwendungsbereich**

Proben für die amtliche Bestimmung der Benzo(a)pyren-Gehalte in Lebensmitteln sind nach dem unten beschriebenen Verfahren zu entnehmen. Die mit diesem Verfahren gewonnenen Sammelproben sind als repräsentativ für die betreffenden Partien anzusehen. Die bei der Analyse der Laborproben festgestellten Befunde geben Aufschluss darüber, ob die in der Verordnung (EG) Nr. 466/2001 festgesetzten Höchstgehalte eingehalten wurden.

2. Definitionen

„Partie“: eine unterscheidbare Menge eines in einer Sendung angelieferten Lebensmittels, das gemäß der amtlichen Prüfung gemeinsame Merkmale wie Ursprung, Sorte, Art der Verpackung, Verpacker, Absender oder Kennzeichnung aufweist;

„Teilpartie“: bestimmter Teil einer Partie, der dem Probenahmeverfahren zu unterziehen ist; jede Teilpartie muss physisch getrennt und identifizierbar sein;

„Einzelprobe“: an einer einzigen Stelle der Partie oder der Teilpartie entnommene Menge;

„Sammelprobe“: die ungeteilte Gesamtheit der einer Partie oder Teilpartie entnommenen Einzelproben;

„Laborprobe“: für die Laboruntersuchung bestimmte Probe.

3. Allgemeine Bestimmungen**3.1 Personal**

Die Probenahme wird von einer durch den betreffenden Mitgliedstaat bevollmächtigten Person vorgenommen.

3.2 Material, dem Proben zu entnehmen sind

Jede zu kontrollierende Partie ist einzeln zu beproben.

3.3 Vorsichtsmaßnahmen

Bei der Probenahme und der Vorbereitung der Proben sind Vorsichtsmaßnahmen zu treffen, um Veränderungen zu verhindern, die sich auf den Benzo(a)pyren-Gehalt auswirken, die analytische Bestimmung stören oder die Repräsentativität der Sammelproben beeinträchtigen könnten.

3.4 Einzelproben

Sie sind möglichst an verschiedenen, über die ganze Partie oder Teilpartie verteilten Stellen zu entnehmen. Abweichungen von dieser Regel sind im Protokoll zu vermerken.

3.5 Vorbereitung der Sammelprobe

Die Sammelprobe wird durch Vereinigung der Einzelproben hergestellt. Diese Sammelprobe wird im Labor homogenisiert, sofern dies nicht mit der Durchführung von Nummer 3.6 unvereinbar ist.

3.6 Parallellaborproben

Für Bestätigungs-, Handels- (Rechtfertigungs-) und Schiedszwecke sind Parallellaborproben von der homogenisierten Sammelprobe zu entnehmen, sofern dies nicht gegen die Probenahmeverfahren der Mitgliedstaaten verstößt.

3.7 Verpackung und Versand der Proben

Jede Sammel- bzw. Laborprobe wird in ein sauberes, inertes Behältnis verbracht, das angemessenen Schutz gegen Kontamination und Beschädigung beim Transport bietet. Alle notwendigen Vorkehrungen sind zu treffen, um zu verhindern, dass sich die Zusammensetzung der Probe während des Transports oder der Lagerung ändert.

3.8 Versiegelung und Kennzeichnung der Proben

Jede amtliche Probe wird am Ort der Entnahme gemäß den Vorschriften des Mitgliedstaats versiegelt und gekennzeichnet.

Über jede Probenahme ist ein Protokoll zu führen, aus dem die Identität der beprobten Partie eindeutig hervorgeht, wobei Datum und Ort der Probenahme sowie sämtliche zusätzlichen Informationen, die bei der Analyse von Nutzen sein können, zu vermerken sind.

4. Probenahmepläne

Mit dem verwendeten Probenahmeverfahren ist sicherzustellen, dass die Sammelprobe für die zu kontrollierende Partie repräsentativ ist.

4.1 Anzahl der Einzelproben

Bei Ölen, bei denen eine homogene Verteilung des Benzo(a)pyren in der jeweiligen Partie angenommen werden kann, reichen drei Einzelproben aus der Partie für eine Sammelprobe aus. Die Partienummer ist dabei anzugeben. Weitere Informationen über die Probenahme bei Olivenöl und Oliventresteröl sind in der Verordnung (EG) Nr. 1989/2003 der Kommission⁽¹⁾ enthalten.

Für andere Erzeugnisse ist die der Partie zu entnehmende Mindestanzahl an Einzelproben in Tabelle 1 aufgeführt. Die Einzelproben müssen gleich viel und jeweils mindestens 100 g wiegen, so dass eine Sammelprobe von mindestens 300 g entsteht (siehe Nummer 3.5).

TABELLE 1

Mindestanzahl der einer Partie zu entnehmenden Einzelproben

Gewicht der Partie (in kg)	Mindestanzahl der zu entnehmenden Einzelproben
< 50	3
50-500	5
> 500	10

Besteht die Partie aus einzelnen Packungen, ist die Anzahl der aus der Sammelprobe zu entnehmenden Packungen gemäß Tabelle 2 zu wählen.

TABELLE 2

Anzahl der Packungen (Einzelproben), aus denen eine Sammelprobe zusammengestellt wird, wenn die Partie aus Einzelpackungen besteht

Anzahl der Packungen oder Einheiten in der Partie oder Teilpartie	Anzahl der zu entnehmenden Packungen oder Einheiten
1-25	1 Packung oder Einheit
26-100	Etwa 5 %, mindestens 2 Packungen oder Einheiten
> 100	Etwa 5 %, höchstens 10 Packungen oder Einheiten

4.2 Probenahme im Einzelhandel

Die Probenahme von Lebensmitteln auf der Einzelhandelsstufe sollte, wenn möglich, gemäß den oben genannten Probenahmebestimmungen erfolgen. Ist dies nicht möglich, können auf der Ebene des Einzelhandels andere wirksame Probenahmeverfahren angewandt werden, sofern sie für die beprobte Partie eine ausreichende Repräsentativität gewährleisten.

5. Übereinstimmung der Partie bzw. Teilpartie mit den Höchstgehalten

Sofern das Ergebnis der ersten Analyse weniger als 20 % unter- oder oberhalb des Höchstgehalts liegt, analysiert das Kontrolllabor die Laborprobe für Bestätigungszwecke in zwei getrennten Analysen, und berechnet in diesem Fall den Mittelwert der Ergebnisse.

Die Partie wird akzeptiert, wenn das Ergebnis der ersten Analyse oder — sofern zwei Analysen erforderlich sind — der Mittelwert unter Berücksichtigung der Messungenauigkeit und der Berichtigung um die Wiederfindungsrate den entsprechenden Höchstgehalt (gemäß der Verordnung (EG) Nr. 466/2001) nicht überschreitet.

Die Partie entspricht nicht dem in der Verordnung (EG) Nr. 466/2001 festgelegten Höchstgehalt, wenn das Ergebnis der ersten Analyse oder — sofern zwei Analysen erforderlich sind — der Mittelwert unter Berücksichtigung der Messungenauigkeit und der Berichtigung um die Wiederfindungsrate den Höchstgehalt zweifelsfrei überschreitet.

⁽¹⁾ ABl. L 295 vom 13.11.2003, S. 57.

ANHANG II

PROBENVORBEREITUNG UND KRITERIEN FÜR DIE ANALYSEVERFAHREN ZUR AMTLICHEN KONTROLLE DER BENZO(A)PYREN-GEHALTE IN LEBENSMITTELN**1. Vorsichtsmaßnahmen und allgemeine Überlegungen in Bezug auf Benzo(a)pyren in Lebensmittelproben**

Hauptaufgabe der Probenahme ist es, eine repräsentative und homogene Laborprobe ohne Sekundärkontamination zu erhalten.

Die die Analyse durchführende Person sollte sicherstellen, dass die Proben nicht während der Probenvorbereitung kontaminiert werden. Vor Gebrauch sollten Behälter mit hochreinem Aceton oder Hexan (p.A., HPLC-Qualität oder gleichwertig) ausgespült werden, damit die Gefahr einer Kontamination auf ein Minimum beschränkt wird. Sofern möglich, sollten mit der Probe in Berührung kommende Geräte aus reaktionslosen Materialien bestehen, z. B. aus Aluminium, Glas oder poliertem nichtrostendem Stahl. Die Verwendung von Kunststoffen wie Polypropylen, PTFE usw. sollte vermieden werden, da der Analyt sich adsorptiv an diese Materialien anlagern kann.

Das gesamte dem Labor zugesandte Probenmaterial ist für die Vorbereitung des Untersuchungsmaterials zu verwenden. Nur sehr sorgfältig homogenisierte Proben ermöglichen reproduzierbare Ergebnisse.

Es gibt viele zufrieden stellende spezifische Probenvorbereitungsverfahren, die eingesetzt werden können.

2. Behandlung der im Laboratorium erhaltenen Probe

Die gesamte Sammelprobe ist nach einem Verfahren, das nachweislich eine vollständige Homogenisierung gewährleistet, (gegebenenfalls) fein zu zermahlen und sorgfältig zu vermischen.

3. Untergliederung von Proben für Bestätigungs- und Verteidigungszwecke

Die Kontrollproben für Bestätigungs-, Handels- (Verteidigungs-) und Referenzzwecke werden aus dem homogenisierten Material entnommen, soweit dieses Verfahren den Rechtsvorschriften des Mitgliedstaats über die Probenahme entspricht.

4. Vom Laboratorium anzuwendendes Analyseverfahren und Kontrollanforderungen**4.1. Definitionen**

Nachstehend eine Reihe der gebräuchlichsten Definitionen, die das Labor verwenden sollte:

r = Wiederholbarkeit: der Wert, unterhalb dessen man die absolute Differenz zwischen zwei einzelnen Prüfergebnissen, die unter Wiederholbarkeitsbedingungen (d. h. dieselbe Probe, derselbe Prüfer, dasselbe Gerät, dasselbe Labor, kurze Zeitspanne) erzielt werden, mit einer vorgegebenen Wahrscheinlichkeit (im Regelfall 95 %) erwarten darf, so dass $r = 2.8 \times s_r$.

s_r = Standardabweichung, berechnet aus unter Wiederholbarkeitsbedingungen ermittelten Ergebnissen.

RSD_r = relative Standardabweichung, berechnet aus unter Wiederholbarkeitsbedingungen $[(s_r/\bar{x}) \times 100]$ ermittelten Ergebnissen.

R = Reproduzierbarkeit: der Wert, unterhalb dessen man die absolute Differenz zwischen einzelnen Prüfergebnissen, die unter Reproduzierbarkeitsbedingungen (d. h. an identischem Material von Prüfern in verschiedenen Labors nach dem standardisierten Testverfahren) erzielt werden, mit einer vorgegebenen Wahrscheinlichkeit (in der Regel 95 %) erwarten darf, so dass $R = 2.8 \times s_R$.

s_R = Standardabweichung, berechnet aus unter Reproduzierbarkeitsbedingungen ermittelten Ergebnissen.

RSD_R = relative Standardabweichung, berechnet aus unter Wiederholbarkeitsbedingungen ermittelten Ergebnissen $[(s_R/\bar{x}) \times 100]$, wobei \bar{x} den Durchschnitt der Ergebnisse aller Labors und Proben darstellt.

$HORRAT_r$ = die ermittelte RSD_r geteilt durch den RSD_r -Wert, geschätzt nach der Horwitz-Gleichung (1) unter Verwendung der Annahme $r = 0,66R$.

$HORRAT_R$ = der ermittelte RSD_R -Wert geteilt durch den RSD_R -Wert, berechnet nach der Horwitz-Gleichung.

U = die erweiterte Messunsicherheit bei einem Erweiterungsfaktor von 2, der zu einem Grad des Vertrauens von ca. 95 % führt.

4.2. Allgemeine Anforderungen

Die für Lebensmittelkontrollzwecke eingesetzten Analyseverfahren müssen den Bestimmungen der Nummern 1 und 2 des Anhangs der Richtlinie 85/591/EWG entsprechen.

4.3. Spezifische Anforderungen

Sofern auf Gemeinschaftsebene keine spezifischen Verfahren für die Bestimmung von Benzo(a)pyren-Gehalten in Lebensmitteln vorgeschrieben sind, können Laboratorien ein beliebiges validiertes Verfahren auswählen, sofern es die Kriterien in Tabelle erfüllt. Die Validierung sollte idealerweise zertifiziertes Referenzmaterial einschließen.

TABELLE

Leistungskriterien für Methoden zur Analyse auf Benzo(a)pyren

Parameter	Wert/Kommentar
Anwendungsbereich	Lebensmittel gemäß der Verordnung (EG) Nr. .../2005
Nachweisgrenze	Höchstens 0,3 µg/kg
Bestimmungsgrenze	Höchstens 0,9 µg/kg
Präzision	HORRAT _r - oder HORRAT _R -Werte von weniger als 1,5 gemäß Ringversuch
Wiederfindungsrate	50—120 %
Spezifität	Frei von Matrix- oder spektralen Interferenzen, Überprüfung des positiven Nachweises

4.3.1. Leistungskriterien — das Konzept der Ungenauigkeitsfunktion

Die Eignung der vom Labor zu verwendenden Analyseverfahren kann jedoch auch mittels eines Ungenauigkeitsansatzes bewertet werden. Das Labor kann eine Methode einsetzen, die Ergebnisse mit einer maximalen Standardungenauigkeit liefert. Die maximale Standardungenauigkeit ergibt sich aus der nachstehenden Formel:

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

dabei ist:

U_f die maximale Standardungenauigkeit,

LOD die Nachweisgrenze der Methode,

C die jeweilige Konzentration.

Liefert eine Analyseverfahren Ergebnisse mit Messungenauigkeiten, die unter der maximalen Standardungenauigkeit liegen, gilt die Methode als gleichermaßen geeignet wie eine Methode, die die Leistungskriterien in der Tabelle erfüllt.

4.4. Berechnung der Wiederfindungsrate und Angabe der Ergebnisse

Das Analyseergebnis kann entweder um die Wiederfindungsrate berichtet oder unberichtet angegeben werden. Die Art der Angabe und die Wiederfindungsrate sind mitzuteilen. Das berichtete Analyseergebnis wird verwendet, um die Einhaltung der Vorschriften zu überprüfen (siehe Anhang I Nummer 5).

Die die Analyse durchführende Person sollte den „European Commission Report on the relationship between analytical results, the measurement of uncertainty, recovery factors and the provisions in EU food legislation“ berücksichtigen (2).

Das Analyseergebnis ist als $x \pm U$ anzugeben, wobei x das Analyseergebnis und U die Messungenauigkeit darstellen.

4.5. Laborqualitätsnormen

Laboratorien müssen den Bestimmungen der Richtlinie 93/99/EWG entsprechen.

4.6. Sonstige Überlegungen hinsichtlich der Analyse

Eignungsprüfung

Teilnahme an Eignungsprüfungsprogrammen gemäß dem „Internationalen harmonisierten Protokoll für fachkundiges Testen von (chemischen) Analyselaboratorien“ (3), die unter Federführung der IUPAC/ISO/AOAC erarbeitet wurden.

Interne Qualitätskontrolle

Die Kontrolllaboratorien sollten in der Lage sein, den Nachweis zu erbringen, dass sie über interne Qualitätskontrollverfahren verfügen. Beispiele hierfür sind die international harmonisierten Richtlinien für interne Qualitätskontrolle in Laboratorien für analytische Chemie der ISO/AOAC/IUPAC (4).

QUELLEN

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, herausgegeben von M. Thompson und R. Wood, Pure Appl. Chem., 1993, 65, 2123-2144 (auch veröffentlicht in J. AOAC International, 1993, 76, 926).
 4. ISO/AOAC/IUPAC International Harmonised Guidelines for Internal Quality Control in Analytical Chemistry Laboratories, herausgegeben von M. Thompson und R. Wood, Pure Appl. Chem., 1995, 67, 649-666.
-