

32006R0627

22.4.2006.

SLUŽBENI LIST EUROPSKE UNIJE

L 109/3

## UREDBA KOMISIJE (EZ) br. 627/2006

od 21. travnja 2006.

**o provedbi Uredbe (EZ) br. 2065/2003 Europskog parlamenta i Vijeća u odnosu na kriterije kakvoće za validirane analitičke metode uzorkovanja, identifikacije i karakterizacije primarnih proizvoda dima**

KOMISIJA EUROPSKIH ZAJEDNICA,

uzimajući u obzir Ugovor o osnivanju Europske zajednice,

uzimajući u obzir Uredbu (EZ) br. 2065/2003 Europskog parlamenta i Vijeća od 10. studenoga 2003. o aromama dima koje se uporabljavaju ili su namijenjene za uporabu u ili na hrani <sup>(1)</sup>, a posebno njezin članak 17. stavak 3.,

budući da:

- (1) Uredba (EZ) br. 2065/2003 utvrđuje odredbe za uspostavu popisa primarnih proizvoda koji su kao takvi odobreni za uporabu u ili na hrani te za proizvodnju aroma dima koje se koriste u ili na hrani u Zajednici. Taj popis, između ostalog, sadržava jasan opis i karakterizaciju svakog primarnog proizvoda.
- (2) Za znanstvenu ocjenu potrebni su detaljni podaci o kvalitativnom i kvantitativnom kemijskom sastavu primarnog proizvoda. Udjeli nepoznatih sastojaka, tj. broj tvari nepoznate kemijske strukture, trebaju biti što je moguće manji.
- (3) Stoga je potrebno utvrditi minimalne kriterije učinkovitosti, u ovom kontekstu kriterije kakvoće, kojima metoda analize mora udovoljavati kako bi se osiguralo da laboratoriji koriste metode s potrebnom razinom učinkovitosti.
- (4) Dimljena hrana općenito izaziva zabrinutost za zdravlje, posebno u pogledu moguće prisutnosti policikličkih aromatskih ugljikovodika (PAH).

- (5) Osoba koja namjerava staviti na tržište primarne proizvode, treba dostaviti sve potrebne podatke za procjenu sigurnosti. Ti podaci trebaju uključivati predloženu validiranu metodu uzorkovanja, identifikacije i karakterizacije primarnog proizvoda.

- (6) Uredbom (EZ) br. 882/2004 Europskog parlamenta i Vijeća od 29. travnja 2004. o službenom nadzoru koji se provodi radi provjere pridržavanja propisa o hrani i hrani za životinje te pravila o zdravlju i dobrobiti životinja <sup>(2)</sup> utvrđuju se opći zahtjevi koji se odnose na metode uzorkovanja i analize.

- (7) Znanstveni odbor za hranu (SCF) je u mišljenju o rizicima za zdravlje ljudi zbog PAH-a u hrani iznesenom 4. prosinca 2002. naveo 15 policikličkih aromatskih ugljikovodika kao potencijalno genotoksične i kancerogene za ljude <sup>(3)</sup>. Oni predstavljaju prioritetnu skupinu kod procjene rizika od dugotrajnih nepovoljnih učinaka po zdravlje nakon unosa PAH-a hranom. Stoga njihova prisutnost u primarnim proizvodima treba biti predmet analize.

- (8) Institut za referentne materijale i mjerenja (IRMM) u okviru Zajedničkog istraživačkog centra Opće uprave Komisije proveo je međulaboratorijska istraživanja za analizu kemijskog sastava primarnih proizvoda i kvantifikaciju koncentracije 15 PAH-a u njima. Rezultati tih ispitivanja su djelomično objavljeni u Izvješću o međulaboratorijskom ispitivanju za validaciju dvaju metoda kvantifikacije policikličkih aromatskih ugljikovodika u primarnim kondenzatima dima <sup>(4)</sup>.

- (9) Za opis preciznosti metode potrebna je standardna devijacija ponovljivosti kako je definirana u ISO 5725-1 <sup>(5)</sup>. Nju treba procijeniti korištenjem podataka iz validacije unutar jednog laboratorija, pri čemu se  $S_i$  izražava kako je opisano u Usklađenim smjernicama za validaciju metoda analize unutar jednog laboratorija <sup>(6)</sup>, ili iz međulaboratorijskog ispitivanja pri čemu se  $S_r$  i  $S_R$  izražavaju kako je opisano u Protokolu o planiranju, provedbi i tumačenju ispitivanja učinkovitosti metoda <sup>(7)</sup>.

<sup>(2)</sup> SL L 191, 28.5.2004., str. 1.

<sup>(3)</sup> SCF/CS/CNTM/PAH/29 konačno, 4. prosinca 2002.

<sup>(4)</sup> Izvješće EU LA-NA-21679-EN-C, ISBN 92-894-9629-0.

<sup>(5)</sup> ISO 5725-1: Točnost (istinitost i preciznost) metoda mjerenja i rezultata – 1. dio: Opća načela i definicije. 1994: Ženeva.

<sup>(6)</sup> Thompson, M., S. L. R. Ellison i R. Wood: *Harmonized Guidelines for Single-Laboratory Validation of Methods of Analysis*. Pure and Applied Chemistry, 2002. 74(5): str. 835–855.

<sup>(7)</sup> Horwitz, W.: *Protocol for the design, conduct and interpretation of method-performance studies*. Pure and Applied Chemistry, 1995. 67(2): str. 331–343.

<sup>(1)</sup> SL L 309, 26.11.2003., str. 1.

- (10) Potpuna validacija metoda za analizu sastava primarnih proizvoda, uz maksimalan broj identificiranih sastojaka, nije ostvariva. Zbog velikog broja analita količina posla je nesavladiva. Ako se, međutim, za detekciju sastojaka koristi masena spektrometrija, dobiveni maseni spektri mogu se usporediti s objavljenim podacima <sup>(1)</sup> ili zbirkama masenih spektara, i mogu se pokušati identificirati sastojci.
- (11) Na temelju rezultata dobivenih u međulaboratorijskom validacijskom istraživanju o policikličkim aromatskim ugljikovodicima i prema Odluci Komisije 2002/657/EZ <sup>(2)</sup> predloženi su minimalni kriteriji kakvoće za sve prikladne metode analize za određivanje PAH-a u svim primarnim proizvodima.
- (12) Prema preporuci danoj u Međunarodnim usklađenim smjernicama ISO, IUPAC i AOAC za korištenje podataka o iskorištenju u analitičkim mjerenjima, analitički rezultati trebaju biti korigirani za faktor iskorištenja.
- (13) Europska agencija za sigurnost hrane pružila je znanstvenu i tehničku pomoć kod izrade kriterija kakvoće

za validirane metode identifikacije i karakterizacije primarnih proizvoda dima utvrđenih u ovoj Uredbi.

- (14) Kriteriji kakvoće mogu se prilagoditi kako bi se uzelo u obzir znanstvene i tehnološke spoznaje.
- (15) Mjere predviđene ovom Uredbom u skladu su s mišljenjem Stalnog odbora za prehrambeni lanac i zdravlje životinja,

DONIJELA JE OVU UREDBU:

#### Članak 1.

Kriteriji kakvoće za validirane analitičke metode uzorkovanja, identifikacije i karakterizacije primarnih proizvoda dima, kako je navedeno u točki 4. Priloga II. Uredbi (EZ) br. 2065/2003, utvrđuju se u Prilogu ovoj Uredbi.

#### Članak 2.

Ova Uredba stupa na snagu dvadesetog dana od dana objave u *Službenom listu Europske unije*.

Ova je Uredba u cijelosti obvezujuća i izravno se primjenjuje u svim državama članicama.

Sastavljeno u Bruxellesu 21. travnja 2006.

Za Komisiju  
Markos KYPRIANOU  
Član Komisije

<sup>(1)</sup> [http://www.irmm.jrc.be/html/activities/intense\\_sweeteners\\_and\\_smoke\\_flavourings/liquid\\_smoke\\_components.xls](http://www.irmm.jrc.be/html/activities/intense_sweeteners_and_smoke_flavourings/liquid_smoke_components.xls)

Faix, O., et al.: Holz als Roh- & Werkstoff, 1991. **49**: str. 213–219.

Faix, O., et al.: Holz als Roh- & Werkstoff, 1991. **49**: str. 299–304.

Faix, O., D. Meier i I. Fortmann: Holz als Roh- & Werkstoff, 1990. **48**: str. 281–285.

Faix, O., D. Meier i I. Fortmann: Holz als Roh- & Werkstoff, 1990. **48**: str. 351–354.

<sup>(2)</sup> SL L 221, 17.8.2002., str. 8. Odluka kako je zadnje izmijenjena Odlukom 2004/25/EZ (SL L 6, 10.1.2004., str. 38.).

## PRILOG

**Kriteriji kakvoće za validirane analitičke metode uzorkovanja, identifikacije i karakterizacije primarnih proizvoda dima****1. Uzorkovanje**

Osnovni zahtjev je dobivanje reprezentativnog i homogenog laboratorijskog uzorka.

Analitičar mora osigurati da ne dođe do kontaminacije uzoraka tijekom njihove pripreme. Prije uporabe posude se moraju isprati acetonom ili heksanom visokog stupnja čistoće (stupanj p.A., HPLC ili istovrijedan), kako bi se smanjio rizik od kontaminacije. Kad god je to moguće, uređaji koje dolaze u dodir s uzorkom moraju biti izrađeni od inertnih materijala, npr. stakla ili poliranog nehrđajućeg čelika. Treba izbjegavati plastiku, kao što je polipropilen, zbog toga što se analit može adsorbirati na te materijale.

Sav uzorkovani materijal zaprimljen u laboratorij treba iskoristiti za pripremu materijala za analizu. Samo vrlo fino homogenizirani uzorci daju ponovljive rezultate.

Postoji mnogo zadovoljavajućih specifičnih postupaka pripreme uzoraka koji se mogu koristiti.

**2. Identifikacija i karakterizacija**

## 2.1. Definicije

Za potrebe ovog Priloga primjenjuju se sljedeće definicije:

Masa bez otapala: Masa materijala nakon ekstrakcije otapala, koji je obično voda.

Hlapivi dio: Dio mase bez otapala koji je hlapiv i može se analizirati plinskom kromatografijom.

Identifikacija primarnog proizvoda: Rezultati opisne analize kojom se identificiraju tvari prisutne u primarnom proizvodu.

Karakterizacija primarnog proizvoda: Identifikacija glavnih fizikalno-kemijskih frakcija te kvantifikacija i identifikacija kemijskih sastojaka.

LOQ: Granica kvantifikacije

LOD: Granica detekcije

$S_p$ : standardna devijacija unutar jednog laboratorija, izračunana iz rezultata dobivenih u uvjetima ponovljivosti, kako je definirana u normi ISO 5725-1 <sup>(1)</sup> (= standardna devijacija ponovljivosti, procijenjena unutar jednog laboratorija u skladu s Usklađenim smjernicama za validaciju metoda analize unutar jednog laboratorija <sup>(2)</sup>).

$S_p$ : prosječna unutarlaboratorijska standardna devijacija, izračunana iz rezultata dobivenih u uvjetima ponovljivosti, kako je definirana u normi ISO 5725-1 <sup>(1)</sup>, u međulaboratorijskom ispitivanju u kojem je sudjelovalo najmanje osam laboratorija, provedenom u skladu s Protokolom o planiranju, provedbi i tumačenju ispitivanja učinkovitosti metoda <sup>(3)</sup>.

$S_R$ : međulaboratorijska standardna devijacija, izračunana iz rezultata dobivenih u uvjetima obnovljivosti, kako je definirana u normi ISO 5725-1 <sup>(1)</sup> i u skladu s Protokolom o planiranju, provedbi i tumačenju ispitivanja učinkovitosti metoda <sup>(3)</sup>.

RSD<sub>p</sub>: standardna devijacija relativne ponovljivosti unutar jednog laboratorija ( $S_p$  izražen kao postotak izmjerene vrijednosti).

RSD<sub>p</sub>: standardna devijacija relativne prosječne ponovljivosti ( $S_p$  izražen kao postotak izmjerene vrijednosti).

RSD<sub>R</sub>: standardna devijacija relativne obnovljivosti ( $S_R$  izražen kao postotak izmjerene vrijednosti).

<sup>(1)</sup> ISO 5725-1: Točnost (istinitost i preciznost) metoda mjerenja i rezultata – 1. dio: Opća načela i definicije. 1994: Ženeva.

<sup>(2)</sup> Thompson, M., S. L. R. Ellison i R. Wood: *Harmonized Guidelines for Single-Laboratory Validation of Methods of Analysis*. Pure and Applied Chemistry, 2002. 74(5): str. 835–855.

<sup>(3)</sup> Horwitz, W.: *Protocol for the design, conduct and interpretation of method-performance studies*. Pure and Applied Chemistry, 1995. 67(2): str. 331.–343.

## 2.2. Zahtjevi

Ne dovodeći u pitanje članak 11. Uredbe (EZ) br. 882/2004, validirana metoda identifikacije i karakterizacije koju odabere laboratorij mora zadovoljiti kriterije kakvoće navedene u tablicama 1. i 2.

Tablica 1.

**Kriteriji kakvoće za metode identifikacije i kvantifikacije kemijskih sastojaka u masi bez otapala i hlapivoj frakciji primarnih proizvoda**

| Parametar        | Vrijednost/Komentar   |
|------------------|---|
| Masa bez otapala | Mora biti identificirano i kvantificirano najmanje 50 % mase. |
| Hlapiva frakcija | Mora biti identificirano i kvantificirano najmanje 80 % mase. |

Tablica 2.

**Minimalni kriteriji kakvoće metode za analizu policikličkih aromatskih ugljikovodika (PAH)**

| Analit(i) PAH   | RSD <sub>i</sub> (*) | RSD <sub>r</sub> (*) | RSD <sub>R</sub> (*) | LOD (***) | LOQ (***) | Raspon analize (***) | Iskorištenje (*) |
|---|----------------------|----------------------|----------------------|-----------|-----------|----------------------|------------------|
|   | %                    | %                    | %                    | µg/kg     | µg/kg     | µg/kg                | %                |
| benzo[a]piren   | 20                   | 20                   | 40                   | 1,5       | 5,0       | 5,0-15               | 75-110           |
| benzo[a]antracen  | 20                   | 20                   | 40                   | 3,0       | 10        | 10-30                | 75-110           |
| ciklopenta[cd]piren (**)  | 35                   | 35                   | 70                   | 5,0       | 15        | 15-45                | 50-110           |
| dibenzo[a,e]piren (**)  |                      |                      |                      |           |           |                      |                  |
| dibenzo[a,i]piren (**)  |                      |                      |                      |           |           |                      |                  |
| dibenzo[a,h]piren (**)  |                      |                      |                      |           |           |                      |                  |
| krizen<br>5-metilkrizen<br>benzo [b]fluoranten<br>benzo[j]fluoranten<br>benzo[k]fluoranten<br>indeno(123-cd)piren<br>dibenzo[a,h]antracen<br>benzo(ghi)perilen<br>dibenzo(a,l)piren | 25                   | 25                   | 50                   | 5,0       | 15        | 10-30                | 60-110           |

(\*) U cijelom rasponu analize.

(\*\*) Vrijednosti RSD<sub>i</sub>, RSD<sub>r</sub> i RSD<sub>R</sub> su relativno visoke zbog male stabilnosti analita u primarnom kondenzatu dima.

(\*\*\*) Korigirano za iskorištenje.