

DIREKTIVA KOMISIJE 2005/10/ES**z dne 4. februarja 2005****o določitvi metod vzorčenja in metod analize za uradni nadzor vrednosti benzo-a-pirena v živilih****(Besedilo velja za EGP)**

KOMISIJA EVROPSKIH SKUPNOSTI JE –

SPREJELA NASLEDNJO DIREKTIVO:

ob upoštevanju Pogodbe o ustanovitvi Evropske skupnosti,

Člen 1

Države članice sprejmejo vse potrebne ukrepe za zagotovitev izvajanja vzorčenja za uradni nadzor mejnih vrednosti benzo-a-pirena v živilih v skladu z metodami, opisanimi v Prilogi I k tej direktivi.

ob upoštevanju Direktive Sveta 85/591/EGS z dne 20. decembra 1985 o uvedbi metod Skupnosti za vzorčenje in analize za spremljanje in nadzor živil, namenjenih za prehrano ljudi⁽¹⁾ in zlasti člena 1 Direktive,**Člen 2**

Države članice sprejmejo vse potrebne ukrepe za zagotovitev, da priprava vzorcev in analitske metode za uradni nadzor živil glede vrednosti benzo-a-pirena izpolnjujejo merila, opisana v Prilogi II k tej direktivi.

ob upoštevanju naslednjega:

Člen 3

Države članice sprejmejo zakone in druge predpise, potrebne za uskladitev s to direktivo v dvanajstih mesecih po njeni objavi. Države članice takoj posredujejo Komisiji besedila navedenih predpisov in korelacijsko tabelo med navedenimi predpisi in to direktivo.

(1) Uredba Komisije (ES) št. 466/2001 z dne 8. marca 2001 o določitvi mejnih vrednosti nekaterih kontaminatov v živilih⁽²⁾ določa mejne vrednosti za benzo-a-piren in se sklicuje na ukrepe o določitvi metod vzorčenja in metod analize za uporabo.

(2) Direktiva Sveta 93/99/EGS z dne 29. oktobra 1993 o dodatnih ukrepih v zvezi z uradnim nadzorom⁽³⁾ uvaja sistem standardov kakovosti za laboratorije, ki so jim države članice zaupale uradni nadzor živil.

Države članice se v sprejetih predpisih sklicujejo na to direktivo ali pa sklic nanjo navedejo ob njihovi uradni objavi. Način sklicevanja določijo države članice.

Člen 4

Ta direktiva začne veljati dvajseti dan po objavi v *Uradnem listu Evropske unije*.

(3) Treba je določiti splošna merila, ki jim mora metoda analize ustrezati, da se zagotovi, da laboratoriji za uradni nadzor živil uporabljajo metode analize s primerljivimi stopnjami zanesljivosti. Prav tako je zelo pomembno, da se o rezultatih analiznega preskušanja poroča in se jih ovrednoti na enoten način, da se zagotovi usklajen pristop uveljavitve. Ta pravila ovrednotenja se uporabljajo za rezultate analiznega preskušanja, dobljene na vzorcu za uradni nadzor. V primeru analize za drugo mnenje in postopke na sodišču veljajo nacionalni predpisi.

Ta direktiva je naslovljena na države članice.

V Bruslju, 4. februarja 2005

(4) Ukrepi, predvideni s to direktivo, so v skladu z mnenjem Stalnega odbora za živilsko verigo in zdravstveno varstvo živali –

Za Komisijo
Markos KYPRIANOU
Član Komisije

⁽¹⁾ UL L 372, 31.12.1985, str. 50. Direktiva, kakor je bila nazadnje spremenjena z Uredbo Evropskega parlamenta in Sveta (ES) št. 1882/2003 (UL L 284, 31.10.2003, str. 1).

⁽²⁾ UL L 77, 16.3.2001, str. 1. Uredba, kakor je bila nazadnje spremenjena z Uredbo (ES) št. 208/2005 (Glej stran 3 tega Uradnega lista).

⁽³⁾ UL L 290, 24.11.1993, str. 14. Direktiva, kakor je bila nazadnje spremenjena z Uredbo (ES) št. 1882/2003.

PRILOGA I

METODE VZORČENJA ZA URADNI NADZOR VSEBNOSTI BENZO-A-PIRENA V ŽIVILIH**1. Namen in področje uporabe**

Vzorci, namenjeni za uradno preskušanje vrednosti benzo-a-pirena v živilih, se odvzamejo v skladu s spodaj opisanimi metodami. Tako dobljeni sestavljeni vzorci so reprezentativni vzorci lotov. Skladnost z mejnimi vrednostmi, ki so določene v Uredbi (ES) št. 466/2001, se ugotavlja na podlagi vrednosti, določenih v laboratorijskih vzorcih.

2. Opredelitev pojmov

„Lot“: določljiva količina živila, dostavljena istočasno, za katero vzorčevalec ve, da ima skupne značilnosti, kot so izvor, sorta, vrsta pakiranja, pakirnica, pošiljatelj ali oznake.

„Sublot“: določen del večjega lota za izvedbo metode vzorčenja na tem določenem delu, vsak sublot mora biti fizično ločen in določljiv.

„Primarni vzorec“: količina materiala, vzetega iz enega mesta v lotu ali sublotu.

„Sestavljeni vzorec“: sestavljena celota vseh primarnih vzorcev, vzetih iz lota ali sublota.

„Laboratorijski vzorec“: vzorec, namenjen za laboratorijski preskus.

3. Splošne določbe**3.1 Osebe**

Vzorčenje opravi pooblaščen oseba, ki jo imenujejo države članice.

3.2 Material za vzorčenje

Vsak lot za pregled je treba vzorčiti ločeno.

3.3 Previdnostni ukrepi

Med vzorčenjem in pripravo vzorcev je treba ravnati previdno, da bi se izognili vsem spremembam, ki bi vplivale na vsebnost benzo-a-pirena, motile analitsko določanje ali bi povzročile nereprezentativnost sestavljenih vzorcev.

3.4 „Primarni vzorec“:

Če je mogoče, se primarni vzorci jemljejo na različnih mestih, razporejenih po celotnem lotu ali sublotu. O odstopanju od tega postopka je treba poročati v zapisniku.

3.5 Priprava sestavljenega vzorca

Sestavljeni vzorec pripravimo tako, da združimo primarne vzorce. Sestavljeni vzorec je homogeniziran v laboratoriju, razen če to ni združljivo z izvajanjem točke 3.6.

3.6 Enakovredni laboratorijski vzorci

Enakovredni laboratorijski vzorci za uradni nadzor, za potrebe nosilcev dejavnosti za drugo mnenje in za postopke na sodišču se vzamejo iz homogeniziranega sestavljenega vzorca, če to ni v nasprotju s predpisi držav članic o vzorčenju.

3.7 Pakiranje in prenos vzorcev

Vsak vzorec zapremo v čisto inertno posodo, kjer je primerno zaščiteno pred onesnaženjem in proti poškodbam na poti. Potrebni so vsi previdnostni ukrepi, da preprečimo kakršne koli spremembe v sestavi vzorca, ki bi lahko nastale med prenosom ali hrambo.

3.8 Pečatenje in označevanje vzorcev

Vsak vzorec, vzet za uradni nadzor, se na kraju vzorčenja zapečati in določi po predpisih države članice.

O vsakem vzorčenju je treba napisati zapisnik, ki omogoča nedvoumno prepoznavanje vsakega lota, navaja datum in mesto vzorčenja ter vse dodatne informacije, ki bi lahko bile v pomoč analitiku.

4. Načrti vzorčenja

Uporabljena metoda vzorčenja zagotovi, da je sestavljeni vzorec reprezentativen za nadzorovan lot.

4.1 Število primarnih vzorcev

V primeru olj, za katera se lahko sklepa na homogeno porazdelitev benzo-a-pirena v danem lotu, zadostuje, da se vzamejo trije primarni vzorci iz lota za oblikovanje sestavljenega vzorca. Navesti je treba sklic na številko lota. Za oljčno olje in olje iz oljčnih tropin so dodatni podatki o vzorčenju navedeni v Uredbi (ES) št. 1989/2003⁽¹⁾.

Za druge proizvode je najmanjše število primarnih vzorcev, vzeti iz lota, navedeno v preglednici 1. Primarni vzorci so podobne mase, najmanj 100 g vsak, ki se združijo v sestavljeni vzorec z maso najmanj 300 g (glej točko 3.5).

PREGLEDNICA 1

Najmanjše število primarnih vzorcev, vzeti iz lota

Masa lota (v kg)	Najmanjše število vzeti primarnih vzorcev
< 50	3
50 do 500	5
> 500	10

Če lot vključuje posamezna pakiranja, je število pakiranj, ki se vzame za oblikovanje sestavljenega vzorca, navedeno v preglednici 2.

PREGLEDNICA 2

Število pakiranj (primarni vzorci), vzeti za oblikovanje sestavljenega vzorca, če je lot sestavljen iz posameznih pakiranj

Število pakiranj ali enot v lotu ali sublota	Število vzeti pakiranj ali enot
1 do 25	1 pakiranje ali enota
26 do 100	Približno 5 %, najmanj 2 pakiranja ali enoti
> 100	Približno 5 %, največ 10 pakiranj ali enot

4.2 Vzorčenje v prodaji na drobno

Vzorčenje živil v prodaji na drobno se po možnosti izvede v skladu z zgoraj navedenimi določbami za vzorčenje. Kjer to ni možno, se uporabijo druge učinkovite metode vzorčenja v prodaji na drobno pod pogojem, da zagotovijo zadostno reprezentativnost vzorčenega lota.

5. Skladnost lota ali sublota s specifikacijo

Preskusni laboratorij ponovi analizo laboratorijskega vzorca za uradni nadzor v primerih, kjer so rezultati prvega preskušanja 20 % pod ali nad mejno vrednostjo, in v teh primerih izračuna srednjo vrednost rezultatov.

Lot je sprejet, če rezultat prvega preskušanja, oziroma kjer je potrebna ponovitev preskušanja, srednja vrednost obeh ne presega mejne vrednosti (kot je določena v Uredbi (ES) št. 466/2001) ob upoštevanju merilne negotovosti in popravka za izkoristek.

Lot je neskladen z mejno vrednostjo (kot je določena v Uredbi (ES) št. 466/2001), če rezultat prvega preskušanja, oziroma kjer je potrebna ponovitev preskušanja, srednja vrednost obeh presega mejno vrednost, brez utemeljenega dvoma, ob upoštevanju merilne negotovosti in popravka za izkoristek.

⁽¹⁾ UL L 295, 13.11.2003, str. 57.

PRILOGA II

PRIPRAVA VZORCA IN MERIL ZA METODE ANALIZE, UPORABLJENE ZA URADNI NADZOR MEJNIH VREDNOSTI BENZO-A-PIRENA V ŽIVILIH

1. **Previdnostni ukrepi in splošna načela za benzo-a-piren v živilskih vzorcih**

Osnovna zahteva je, da se dobi reprezentativen in homogen laboratorijski vzorec, ne da bi prišlo do sekundarnega onesnaženja.

Analitik zagotovi, da se vzorci med pripravo vzorca ne onesnažijo. Posode se pred uporabo spere z acetonom ali heksanom visoke čistote (stopnji p.A., HPLC ali ekvivalentne), da se zmanjša možnost onesnaženja. Kadar je le mogoče, bi morala biti oprema, ki pride v stik z vzorcem, narejena iz inertnih materialov, npr. aluminija, stekla ali poliranega nerjavečega jekla. Izogibati se je treba plastiki, kot je polipropilen, PTFE idr., kajti analit se lahko adsorbira na te materiale.

Ves vzorčni material, ki ga je laboratorij prejel, se uporabi za pripravo preskusne snovi. Samo dobro homogenizirani vzorci dajo ponovljive rezultate.

Obstaja veliko zadovoljivih posebnih postopkov priprave vzorca, ki se jih lahko uporabi.

2. **Priprava laboratorijskega vzorca**

Drobno zmlati (kjer je ustrezno) in dobro premešati celoten sestavljeni vzorec po postopku, s katerim se dokazano doseže popolna homogenizacija.

3. **Razdelitev vzorcev za uradni nadzor ali drugo mnenje**

Enakovredni vzorci za uradni nadzor, za nosilca dejavnosti za drugo mnenje in za postopke na sodišču se vzamejo iz homogeniziranega sestavljenega vzorca, če to ni v nasprotju s predpisi držav članic o vzorčenju.

4. **Metoda analize, ki jo uporablja laboratorij in zahteve laboratorijskega nadzora**4.1 **Opredelitev pojmov**

V nadaljevanju so navedene nekatere najsplošnejše opredelitve, ki jih bo laboratorij uporabljal:

$r =$ Ponovljivost, vrednost manjša od absolutne razlike dveh posameznih rezultatov preskusa, dobljenih pod ponovljivimi pogoji (t. j. isti vzorec, isti analitik, ista aparatura, isti laboratorij in kratek časovni razmik), za katero se pričakuje, da bo dobljena z verjetnostjo 95 % in zato je $r = 2.8 \times s_r$.

$s_r =$ Standardni odmik, izračunan iz rezultatov, dobljenih pri pogojih ponovljivosti.

$RSD_r =$ Relativni standardni odmik, izračunan iz rezultatov, dobljenih pri pogojih ponovljivosti $[(s_r/\bar{x}) \times 100]$.

$R =$ obnovljivost, vrednost manjša od absolutne razlike dveh posameznih rezultatov preskusa, dobljenih pod pogoji obnovljivosti (npr. identični material, različni izvajalci, različni laboratoriji, z uporabo različne metode), za katero se pričakuje, da bo dobljena z verjetnostjo 95 %; $R = 2.8 \times s_R$.

$s_R =$ Standardni odmik, izračunan iz rezultatov, dobljenih pri pogojih obnovljivosti.

$RSD_R =$ Relativni standardni odmik, izračunan iz rezultatov, dobljenih pri pogojih obnovljivosti $[(s_R/\bar{x}) \times 100]$, kjer je povprečje rezultatov za vse laboratorije in vzorce.

$HORRAT_r =$ upoštevani RSD_r , deljen z vrednostjo RSD_r , dobljeno s Horwitzovo enačbo (1) z uporabo predpostavke $r = 0,66R$.

$HORRAT_R =$ upoštevana vrednost RSD_R , deljena z vrednostjo RSD_R , izračunana s Horwitzovo enačbo.

$U =$ razširjena negotovost, izračunana s faktorjem pokritja 2, ki ustreza približno 95-% stopnji zaupanja.

4.2 Splošne zahteve

Metode analize, uporabljene za uradni nadzor živil, morajo biti v skladu z določbami točk 1 in 2 Priloge k Direktivi Sveta 85/591/EGS.

4.3 Posebne zahteve

Kadar ni predpisanih, metod za določanje benzo-a-pirena v živilih na ravni Skupnosti, laboratoriji lahko izberejo katero koli metodo, če izbrana metoda izpolnjuje izvedbena merila, navedena v preglednici 2. Validacija naj po možnosti vključuje certificirani referenčni material.

PREGLEDNICA 2

Izvedbena merila za metode analize za benzo-a-piren

Parametri	Vrednost/Pripomba
Uporaba	Živila iz Uredbe (ES) št. .../2003
Meja zaznavnosti	Ne več kot 0,3 µg/kg
Meja določljivosti	Ne več kot 0,9 µg/kg
Natančnost	Vrednosti HORRAT _r ali HORRAT _R nižji od 1,5 v medlaboratorijskem primerjalnem preskusu
Izkoristek	50 %–120 %
Specifičnost	Potrditve pozitivne detekcije brez matrice ali spektralnih interferenc

4.3.1 Merila doseženih rezultatov - Pristop, ki upošteva (merilno) negotovost

Vendar lahko laboratorij za oceno primernosti metode analize uporabi tudi pristop, ki upošteva (merilno) negotovost. Laboratorij lahko uporabi metodo, s katero se dobijo rezultati v okviru najvišje standardne negotovosti. Najvišja standardna negotovost se izračuna po enačbi:

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

pri čemer je:

U_f najvišja standardna negotovost

LOD LOD meja zaznavnosti metode

C C izbrana koncentracija

Če metoda analize zagotovi rezultate z merilno negotovostjo, ki je nižja od najvišje standardne negotovosti, je metoda ravno tako primerna kot tista, ki izpolnjuje izvedbena merila iz preglednice.

4.4 Izračun izkoristka in poročanje o rezultatih

Rezultat analize se poroča, z ali brez izkoristka. Navesti je treba način poročanja in vrednost izkoristka. Rezultat preskušanja, kjer je izkoristek upoštevan se uporablja za preverjanje skladnosti (glej točko 5 Priloge I).

Analitik mora biti seznanjen s „Poročilom Evropske komisije o odnosu med rezultati analize, merjenjem negotovosti, faktorji izkoristka in določbami v zakonodaji EU v zvezi z živilih“ (2).

O rezultatu preskušanja je treba poročati kot $x \pm U$, kjer je x rezultat analize in U merilna negotovost.

4.5 Standardi kakovosti za laboratorije

Laboratoriji morajo biti v skladu z Direktivo 93/99/EGS.

4.6 Druga načela v zvezi s preskušanjem

Preskus strokovnosti

Sodelovanje v ustreznih shemah medlaboratorijskih primerjalnih preskušanj, ki so v skladu z „Mednarodnim harmoniziranim protokolom za preskus strokovnosti (kemičnih) analitskih laboratorijev“ (3), razvitih pod pokroviteljstvom IUPAC/ISO/AOAC.

Notranje obvladovanje kakovosti

Laboratoriji morajo dokazati, da imajo uvedene postopke obvladovanja kakovosti. Primer so „Smernice ISO/AOAC/IUPAC o notranjem obvladovanju kakovosti v analitskih kemičnih laboratorijih“ (4)

REFERENČNA LITERATURA

1. W. Horwitz, „Ovrednotenje metode analize za Uredbo o živilih in zdravilih“, *Anal. Chem.*, 1982, 54, 67A - 76A.
 2. Poročilo Evropske komisije o odnosu med rezultati analize, nezanesljivostjo meritev, faktorji izkoristka in določbami v zakonodaji EU v zvezi z žvili, 2004. (http://europa.eu.int/comm/food/food/chemicalsafety/contaminants/index_en.htm).
 3. ISO/AOAC/IUPAC Mednarodni harmonizirani protokol za preskus strokovnosti (kemičnih) analitskih laboratorijev, Izdala M. Thompson in R. Wood, *Pure Appl. Chem.*, 1993, 65, 2123 - 2144 (tudi objavljeno v *J. AOAC International*, 1993, 76, 926).
 4. ISO/AOAC/IUPAC Mednarodne harmonizirane smernice za notranje obvladovanje kakovosti v analitskih kemičnih laboratorijih, izdala M. Thompson in R. Wood, *Pure Appl. Chem.*, 1995, 67, 649–666.
-