

## TILSKIPUN FRAMKVÆMDASTJÓRNARINNAR 2001/22/EB

2003/EES/6/10

frá 8. mars 2001

## um aðferðir við sýnatöku og greiningu vegna opinbers eftirlits með magni blýs, kadmíums, kvikasilfurs og 3-MCPD í matvælum(\*)

FRAMKVÆMDASTJÓRN EVRÓPUBANDALAGANNA  
HEFUR,

- 4) Ef ná skal dæmigerðum niðurstöðum við ákvörðun magns mengunarefna gegnir sýnataka lykilhlutverki því dreifing mengunarefna er fjarri því að vera einsleit í hverri framleiðslueiningu.

með hliðsjón af stofnsáttmála Evrópubandalagsins,

- 5) Í tilskipun 85/591/EBE eru settar almennar viðmiðanir um greiningaraðferðir en í ákveðnum tilvikum er þörf á sértækari viðmiðunum svo að tryggt sé að rannsóknarstofur, sem annast eftirlit, noti greiningaraðferðir sem eru allar svipaðar hvað varðar áreiðanleika.

með hliðsjón af tilskipun ráðsins 85/591/EBE frá 20. desember 1985 um að koma á bandalagsaðferðum við sýnatöku og greiningu vegna matvælaeftirlits <sup>(1)</sup>, einkum 1. gr.,

og að teknu tilliti til eftirfarandi:

- 1) Samkvæmt reglugerð ráðsins (EBE) nr. 315/93 frá 8. febrúar 1993 um málsmeðferð fyrir bandalagið vegna mengunarefna í matvælum <sup>(2)</sup> skal ákvarða hámarks magn tiltekinna mengunarefna í matvælum í því skyni að stuðla að almannaheilbrigði.

- 6) Ákvæðin um sýnatöku og greiningaraðferðir voru sett með hliðsjón af núverandi þekkingu og þau má laga að framförum á sviði vísinda- og tækniþekkingar.

- 7) Ráðstafanirnar, sem kveðið er á um í þessari tilskipun, eru í samræmi við álit fastanefndarinnar um matvæli.

- 2) Í reglugerð framkvæmdastjórnarinnar (EB) nr. 466/2001 frá 8. mars 2001 um hámarks magn tiltekinna mengunarefna í matvælum <sup>(3)</sup> eru fastsett m.a. hámarks magn blýs, kadmíums, kvikasilfurs og 3-mónóklórprópan-1,2-díóls (3-MCPD) í matvælum og vísað í þær ráðstafanir þar sem mælt er fyrir um sýnatöku- og greiningaraðferðirnar sem nota skal.

SAMÞYKKT TILSKIPUN ÞESSA:

1. gr.

- 3) Í tilskipun ráðsins 89/397/EBE frá 14. júní 1989 um opinbert matvælaeftirlit <sup>(4)</sup> er mælt fyrir um almennar meginreglur við framkvæmd matvælaeftirlits. Með tilskipun ráðsins 93/99/EBE frá 29. október 1993 um viðbótarákvæði um opinbert matvælaeftirlit <sup>(5)</sup> er kveðið á um kerfi gæðastaðla fyrir þær rannsóknarstofur sem aðildarríkin hafa falið opinbert matvælaeftirlit.

Aðildarríkin skulu gera allar nauðsynlegar ráðstafanir til þess að tryggja að sýnataka vegna opinbers eftirlits með magni blýs, kadmíums, kvikasilfurs og 3-MCPD í matvælum sé í samræmi við þær aðferðir sem lýst er í I. viðauka við þessa tilskipun.

2. gr.

Aðildarríkin skulu gera allar nauðsynlegar ráðstafanir til þess að tryggja að undirbúningur sýna og þær aðferðir, sem notaðar eru við opinbert eftirlit með styrk blýs, kadmíums, kvikasilfurs og 3-MCPD í matvælum, séu í samræmi við þær viðmiðanir sem lýst er í II. viðauka við þessa tilskipun.

(\*) Þessi EB-gerð, sem birtist í Stjtið. EB L 77, 16.3.2001, bls. 14, var nefnd í ákvörðun sameiginlegu EES-nefndarinnar nr. 51/2002 frá 31. maí 2002 um breytingu á II. viðauka (Tæknilegar reglugerðir, staðlar, prófanir og vottun) við EES-samninginn. Sjá EES-viðbætur við Stjórnartíðindi Evrópubandalaganna nr. 44, 5.9.2002, bls. 5.

<sup>(1)</sup> Stjtið. EB L 372, 31.12.1985, bls. 50.

<sup>(2)</sup> Stjtið. EB L 37, 13.2.1993, bls. 1.

<sup>(3)</sup> Stjtið. EB L 77, 16.3.2001, bls. 1.

<sup>(4)</sup> Stjtið. EB L 186, 30.6.1989, bls. 23.

<sup>(5)</sup> Stjtið. EB L 290, 24.11.1993, bls. 14.

*3. gr.*

Aðildarríkin skulu, eigi síðar en 5. apríl 2003, samþykkja nauðsynleg lög og stjórnsýslufyrirmæli til að fara að ákvæðum þessarar tilskipunar. Þau skulu tilkynna það framkvæmdastjórninni þegar í stað.

Þegar aðildarríkin samþykkja þessi ákvæði skal vera í þeim tilvísun í þessa tilskipun eða þeim fylgja slík tilvísun þegar þau eru birt opinberlega. Aðildarríkin skulu setja nánari reglur um slíka tilvísun.

*4. gr.*

Tilskipun þessi öðlast gildi á tuttugasta degi eftir að hún birtist í *Stjórnartíðindum Evrópubandalaganna*.

Tilskipun þessari er beint til aðildarríkjanna.

Gjört í Brussel 8. mars 2001.

*Fyrir hönd framkvæmdastjórnarinnar,*

David BYRNE

*framkvæmdastjóri.*

## I. VIÐAUKI

## SÝNATÖKUADFERÐIR VIÐ OPINBERT EFTIRLIT MEÐ MAGNI BLÝS, KADMÍUMS, KVİKASILFURS OG 3-MCPD Í TILTEKNUM MATVÆLUM

## 1. TILGANGUR OG GILDISSVIÐ

Sýni til opinbers eftirlits með magni blýs, kadmíums, kvikasilfurs og 3-MCPD í matvælum skulu tekin samkvæmt þeim aðferðum sem er lýst hér á eftir. Safnsýni, tekin á þann hátt, skulu talin dæmigerð fyrir framleiðslueininguna eða framleiðsluhlutan sem þau eru tekin úr. Ákvarðað skal á grundvelli þess magns, sem finnst í rannsóknarsýnum hvort farið sé að ákvæðum um hámarks magn sem mælt er fyrir um í reglugerð (EB) nr. 466/2001.

## 2. SKILGREININGAR

Framleiðslueining: sanngreinanlegt magn af matvöru, afhent í einu, sem opinber sýnatökumaður staðfestir að hafi sameiginleg einkenni, svo sem að því er varðar uppruna, afbrigði, gerð umbúða, pakkanda, sendanda eða merkingar. Þegar um fisk er að ræða skal stærð fisksins vera sambærileg.

Framleiðsluhluti: tiltekinn hluti stórrar framleiðslueiningar sem valinn er þannig að það samræmist sýnatökuaðferðinni sem notuð er við þennan tiltekna hluta. Hver framleiðsluhluti skal vera skilinn frá öðrum og sanngreinanlegur.

Hlutasýni: magn efnis tekið á sama stað í framleiðslueiningunni eða framleiðsluhlutanum.

Safnsýni: sameinuð heild allra hlutasýna sem tekin eru úr framleiðslueiningu eða framleiðsluhluta.

Rannsóknarsýni: sýni ætlað til rannsókna á rannsóknarstofu.

## 3. ALMENN ÁKVÆÐI

## 3.1. Starfsfólk

Sýnataka skal gerð af viðurkenndum aðila svo sem kveðið er á um af aðildarríkjunum.

## 3.2. Efni til sýnatöku

Taka ber sýni úr hverri framleiðslueiningu sem rannsaka á.

## 3.3. Varúðarráðstafanir

Gera þarf varúðarráðstafanir þegar rannsóknarsýni eru tekin og undirbúin til þess að forðast breytingar sem myndu hafa áhrif á magn blýs, kadmíums, kvikasilfurs og 3-MCPD, hafa slæm áhrif á niðurstöðu greiningarinnar eða gera safnsýnin ódæmigerð.

## 3.4. Hlutasýni

Hlutasýni skulu tekin sem víðast úr framleiðslueiningunni eða framleiðsluhlutanum. Sé ekki farið eftir þessari aðferð verður að færa það í skrána sem kveðið er á um í lið 3.8.

### 3.5. Undirbúningur safnsýnis

Safnsýnið er myndað með því að sameina öll hlutasýnin. Það skal vera a.m.k. 1 kg nema það sé ekki mögulegt, t.d. þegar sýnið er aðeins einn pakki.

### 3.6. Frekari skipting safnsýnis í rannsóknarsýni vegna fullnustu ákvæða, verslunarverndar eða úrskurðarmála

Taka ber rannsóknarsýni, vegna fullnustu ákvæða eða verslunarverndar eða vegna úrskurðarmála, úr einsleitu safnsýni svo fremi að það stangist ekki á við reglur aðildarríkja um sýnatöku. Rannsóknarsýni vegna fullnustu ákvæða skulu vera nægilega stór til að hægt sé að framkvæma á þeim a.m.k. tvær greiningar.

### 3.7. Þökkun og flutningur á safn- og rannsóknarsýnum

Hvert safn- og rannsóknarsýni skal sett í hreint, hvarftregt ílát sem ver þáð nægilega gegn mengun, tapi greiniefna vegna aðsogs í innri vegg ílátsins og skemmdum í flutningi. Gera skal allar nauðsynlegar varúðarráðstafanir til þess að koma í veg fyrir breytingu á samsetningu safn- og rannsóknarsýna sem gæti átt sér stað á meðan á flutningi eða geymslu stendur.

### 3.8. Innsiglingun og merking safn- og rannsóknarsýna

Hvert sýni, sem tekið er til opinberra nota, skal innsiglað á sýnatökustað og merkt samkvæmt reglugerðum aðildarríkisins. Halda skal skrá yfir hverja sýnatöku þannig að hver framleiðslueining verði ótvírætt sanngreinanleg og tilgreina skal dagsetningu og sýnatökustað ásamt öðrum viðbótarupplýsingum sem gætu komið greinandanum að notum.

## 4. SÝNATÖKUÁÆTLUN

Við bestu aðstæður ætti sýnataka að fara fram á þeim stað þar sem hrávaran kemur inn í ferli matvæla og hægt er að auðkenna afmarkaða framleiðslueiningu. Sýnatökuaðferðin, sem notuð er, skal tryggja að safnsýnið sé dæmigert fyrir framleiðslueininguna sem verið er að athuga.

### 4.1. Fjöldi hlutasýna

Þegar um er að ræða vörur í fljótandi formi þar sem gera má ráð fyrir að dreifing viðkomandi mengunarefnis sé einsleit nægir að taka eitt hlutasýni úr hverri framleiðslueiningu í safnsýninu. Tilvísun í númer framleiðslueiningar skal koma fram. Vörur í fljótandi formi, sem innihalda vatnsrofin jurtaþrótín (HVP) eða fljótandi sojasósu, skulu hrist vel eða gerð einsleit á annan viðeigandi hátt áður en hlutasýnið er tekið.

Að því er aðrar vörur varðar skal lágmarksfjöldi hlutasýna, sem taka ber úr framleiðslueiningu, vera sá sem gefinn er upp í töflu 1. Hlutasýnin skulu vera af svipaðri þyngd. Sé ekki farið eftir þessari aðferð verður að færa það í skrána sem kveðið er á um í lið 3.8.

Tafla 1: Lágmarksfjöldi hlutasýna sem taka ber úr framleiðslueiningunni

Þyngd framleiðslueiningar (kg)	Lágmarksfjöldi hlutasýna sem taka ber
< 50	3
50 til 500	5
> 500	10

Í töflu 2 er tilgreindur fjöldi þeirra pakka sem þarf í safnsýnið þegar framleiðslueiningin samanstendur af einstökum þökkum.

Tafla 2: Fjöldi pakka (hlutasýni) sem þarf í safnsýnið þegar framleiðslueiningin samanstendur af einstökum pökkum.

Fjöldi pakkninga eða eininga í framleiðslueiningunni	Fjöldi pakka sem þarf
1 til 25	1 pakki eða eining
26 til 100	U.þ.b. 5%, a.m.k. 2 pakkar eða einingar
> 100	U.þ.b. 5%, a.m.k. 10 pakkar eða einingar

5. SAMRÆMI FRAMLEIÐSLUEININGAR EÐA FRAMLEIÐSLUHLUTA VIÐ FORSKRIFTIR

Samanburðarrannsóknastofan skal greina rannsóknarsýnið vegna fullnustu ákvæða með a.m.k. tveimur sjálfstæðum greiningum og reikna út meðalnidurstöður. Framleiðslueiningin er viðurkennd ef meðaltalið er í samræmi við viðkomandi hámarksgildi eins og þau eru ákvörðuð í reglugerð (EB) nr. 466/2001. Henni er hafnað ef meðaltalið fer fram úr viðkomandi hámarksgildum.

## II. VIÐAUKI

**UNDIRBÚNINGUR SÝNA OG VIÐMIÐANIR VEGNA GREININGARAÐFERÐA SEM NOTADAR ERU VIÐ  
OPINBERT EFTIRLIT Á MAGNI BLÝS, KADMÍUMS, KVIKASILFURS OG 3-MCPD Í TILTEKNUM MATVÆLUM**

## 1. INNGANGUR

Grunnkrafan er að afla dæmigerðs og einsleits rannsóknarsýnis án þess að það verði fyrir utanaðkomandi mengun.

## 2. SÉRTÆKAR VERKLAGSREGLUR UM UNDIRBÚNING BLÝ-, KADMÍUM- OG KVIKASILFURSSÝNA

Til eru margskonar viðunandi sértækar verklagsreglur um undirbúning sýna sem heimilt er að nota vegna varanna sem hér er um að ræða. Þær verklagsreglur, sem lýst er í frumvarpi að CEN-staðlinum „Foodstuffs - Determination of trace elements - Performance criteria and general consideration“, teljast fullnægjandi (\*) en aðrar geta verið fullt eins góðar.

Taka skal tillit til eftirfarandi atriða án tillits til þess hvaða verklagsreglur eru notaðar:

- samlokur (tvískelja lindýr), krabbadýr og litill fiskur: ef dýrin eru yfirleitt börðuð heil skulu innýflin teljast til þess efnis sem fer til greiningar,
- grænmeti: einungis sá hluti, sem telst ætur, skal prófaður í samræmi við kröfurnar í reglugerð (EB) nr. 466/2001.

## 3. GREININGARAÐFERÐ SEM NOTA BER Á RANNSÓKNARSTOFUNNI OG KRÖFUR UM EFTIRLIT Á RANNSÓKNARSTOFUNNI

## 3.1. Skilgreiningar

Nokkrar af helstu skilgreiningum, sem rannsóknarstofan þarf að styðjast við, eru eftirfarandi:

$r =$  endurtekningarnákvæmni (repeatability): gildi sem er af þeirri stærð að sé tölulegur mismunur tveggja stakra prófniðurstaðna, sem eru fengnar við endurtekningarnákvæm skilyrði (þ. e. sama sýni, sami starfsmaður, sami tækjabúnaður, sama rannsóknarstofa og með skömmu millibili), undir þessu gildi má vænta að hann liggji innan tiltekinna öryggismarka (venjulega 95%), og því er  $r = 2,8 \times s_r$ .

$s_r =$  staðalfrávik, reiknað út frá niðurstöðum sem eru fengnar við endurtekningarnákvæm skilyrði.

$RSD_r =$  hlutfallslegt staðalfrávik, reiknað út frá niðurstöðum sem eru fengnar við endurtekningarnákvæm skilyrði  $[(s_r / \bar{x}) \times 100]$ , þar sem  $\bar{x}$  er meðaltal niðurstaðna fyrir allar rannsóknarstofur og öll sýni.

$R =$  samanburðarnákvæmni (reproducibility): gildi sem er af þeirri stærð að sé tölulegur mismunur stakra prófniðurstaðna, sem eru fengnar við samanburðarnákvæm skilyrði (þ. e. sem starfsmenn á mismunandi rannsóknarstofum fá með staðlaðri prófunaraðferð á sams konar efni), undir þessu gildi má vænta þess að hann liggji innan tiltekinna öryggismarka (venjulega 95%);  $R = 2,8 \times s_R$ .

$s_R =$  staðalfrávik, reiknað út frá niðurstöðum sem eru fengnar við samanburðarnákvæm skilyrði.

$RSD_R =$  hlutfallslegt staðalfrávik, reiknað út frá niðurstöðum sem eru fengnar við samanburðarnákvæm skilyrði  $[(s_R / \bar{x}) \times 100]$ .

$HORRAT_r =$  mælt  $RSD_r$ , deilt með  $RSD_r$ -gildinu sem er áætlað út frá Horwitz-jöfnunni þar sem  $r = 0,66R$

$HORRAT_R =$  mælt  $RSD_R$ -gildi, deilt með  $RSD_R$ -gildinu sem reiknað er út frá Horwitz-jöfnunni <sup>(b)</sup>.

### 3.2. Almennar kröfur

Greiningaraðferðir, sem notaðar eru við matvælaeftirlit, skulu, eftir því sem kostur er, samræmast þeim ákvæðum sem mælt er fyrir um í 1. og 2. mgr. í viðauka við tilskipun 85/591/EBE.

Í reglugerð framkvæmdastjórnarinnar (EBE) nr. 2676/90 <sup>(1)</sup> um að ákveða aðferðir bandalagsins við vöngreiningu er í 35. kafla viðaukans mælt fyrir um aðferðina sem nota skal við greiningu á blýi í vini.

### 3.3. Sérstakar kröfur

#### 3.3.1. Greiningar á blýi, kadmíumi og kvikasilfri

Ekki er mælt fyrir um sérstakar aðferðir fyrir ákvörðun blý-, kadmíum- og kvikasilfursmagns. Rannsóknarstofur skulu nota fullgilta aðferð sem uppfyllir nothæfisviðmiðanirnar sem gefnar eru upp í töflu 3. Þar sem þess er kostur skal við fullgildinguna nota staðfest viðmiðunarefni sem prófunarefni í samanburðarprófið.

Tafla 3: Nothæfisviðmiðanir við blý-, kadmíum- og kvikasilfursgreiningar

Færibreyta	Gildi/athugasemd
Gildissvið	Matvæli sem tilgreind eru í reglugerð (EB) nr. 466/2001
Greiningarmörk	Ekki meira en einn tíundi af gildinu í forskriftinni í reglugerð (EB) nr. 466/2001, nema ef gildið í forskriftinni fyrir blý er minna en 0,1 mg/kg. Í því tilviki, ekki meira en einn fimmti af gildinu í forskriftinni.
Magngreiningarmörk	Ekki meira en einn fimmti af gildinu í forskriftinni í reglugerð (EB) nr. 466/2001, nema ef gildið í forskriftinni fyrir blý er minna en 0,1 mg/kg. Í því tilviki, ekki meira en tveir fimmtu af gildinu í forskriftinni.
Samkvæmni	$HORRAT_r$ - eða $HORRAT_R$ -gildi sem eru lægri en 1,5 í samanburðarprófum til fullgildingar
Endurheimt	80-120% (eins og tilgreint er í samanburðarprófinu)
Sérhæfni	Laus við truflanir frá uppistöðuefni eða rótruflanir

#### 3.3.2. Greining á 3-MCPD

Ekki er mælt fyrir um sérstakar aðferðir fyrir ákvörðun á magni 3-MCPD. Rannsóknastofur skulu nota fullgilta aðferð sem uppfyllir nothæfisviðmiðanirnar sem gefnar eru upp í töflu 4. Þar sem þess er kostur skal við fullgildinguna nota staðfest viðmiðunarefni sem prófunarefni í samanburðarprófið. Sérstök aðferð hefur verið fullgilt með samanburðarprófi og hefur sýnt sig að hún stenst kröfurnar í töflu 4 <sup>(c)</sup>.

<sup>(1)</sup> Stjtið. EB L 272, 3.10.1990, bls. 1.

Tafla 4: Nothæfisviðmiðanir við greiningar á 3-MCPD

Viðmiðun	Ráðlögð gildi	Styrkur
Dauð sýni	Lægri en greiningarmörkin	—
Endurheimt	75-110 %	Allur
Magngreiningarmörk	10 (eða minna) µg/kg miðað við þurrt efni	—
Staðalfrávik dauðra sýna	Mínna en 4 µg/kg	—
Innanhússmat á samkvæmni — staðalfrávik endurtekinna mælinga við mismunandi styrk	< 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. Mat á útreikningum á réttmæti greininga og endurheimt

Þar sem þess er nokkur kostur skal meta réttmæti greiningarinnar með því að nota vottað viðmiðunarefni í greiningalutunni.

Taka skal tillit til „Harmonised Guidelines for the Use of Recovery Information in Analytical Measurement“ (Samræmdu viðmiðunarreglnanna um notkun upplýsinga um endurheimt í efnamælingum) <sup>(d)</sup> sem þróaðar voru á vegum Alþjóðasamtaka um hreina og hagnýta efnafræði (IUPAC), Alþjóðlegu staðlasamtakanna (ISO) og Samtaka aðila í efnagreiningu (AOAC).

Skrá skal niðurstöður efnagreininga, leiðréttar eða óleiðréttar. Tilgreina skal skráningaráðferð og endurheimtuhlutfall.

### 3.5. Gæðastaðlar fyrir rannsóknarstofur

Rannsóknarstofur verða að fara að tilskipun 93/99/EBE.

### 3.6. Framsetning niðurstaðna

Niðurstöður skal setja fram í sömu einingum og hámarks magn sem mælt er fyrir um í reglugerð (EB) nr. 466/2001.

#### TILVÍSANIR

- <sup>(a)</sup> Frumvarp að staðli prEN 13804, „Foodstuffs — Determination of Trace Elements — Performance Criteria and General Considerations“, CEN, Rue de Stassart 36, B-1050 Brussel.
- <sup>(b)</sup> W Horwitz, „Evaluation of Analytical Methods for Regulation of Foods and Drugs“, Anal. Chem., 1982, nr. 54, 67A-76A.
- <sup>(c)</sup> Greiningaraðferð til að ákvarða 3-mónóklórprópan-1,2-díól í matvælum og innihaldsefnum þeirra með massagreiningu, lögð fyrir CEN TC 275 og AOAC International (einnig fánleg sem „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“).
- <sup>(d)</sup> ISO/AOAC/IUPAC: Samræmdar viðmiðunarreglur um notkun upplýsinga um endurheimt í efnamælingum. *Ritstýrt af* Michael Thompson, Steven L. R. Ellison, Ales Fajgelj, Paul Willetts og Roger Wood, Pure Appl. Chem., 1999, nr. 71, 337-348.