

TILSKIPUN FRAMKVÆMDASTJÓRNARINNAR 2005/10/EB

2008/EES/27/10

frá 4. febrúar 2005

um sýnatöku- og greiningaraðferðir vegna opinbers eftirlits með magni bensó(a)þýrens í matvælum (*)

FRAMKVÆMDASTJÓRN EVRÓPUBANDALAGANNA HEFUR,

með hliðsjón af stofnsáttmála Evrópubandalagsins,

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

og að teknu tilliti til eftirfarandi:

- 1) Í reglugerð framkvæmdastjórnarinnar (EB) nr. 466/2001 frá 8. mars 2001 um hámarks magn tiltekinna mengunarfna ⁽²⁾ eru ákvörðuð hámarksgildi fyrir bensó(a)þýren og vísað í þær ráðstafanir þar sem mælt er fyrir um sýnatöku- og greiningaraðferðir sem nota ber.
- 2) Með tilskipun ráðsins 93/99/EBE frá 29. október 1993 um viðbótarákvæði um opinbert matvælaeftirlit ⁽³⁾ er kveðið á um kerfi gæðastaðla fyrir þær rannsóknarstofur sem aðildarríkin hafa falið opinbert matvælaeftirlit.
- 3) Nauðsynlegt virðist að ákvarða almennar viðmiðanir sem gilda fyrir greiningaraðferðir svo að tryggt sé að rannsóknarstofur, sem annast eftirlit, styðjist við greiningaraðferðir sem eru allar svipaðar að því er varðar áreiðanleika. Enn fremur er afar mikilvægt að gæta samræmis í tilkynningu og túlkun á niðurstöðum greiningar til að tryggja samræmda framkvæmd. Þessar túlkunarreglur gilda um niðurstöðu greiningar á sýni sem tekið er við opinbert eftirlit. Innendar reglur gilda um greiningu sem er gerð með tilliti til verslunarverndar eða úrskurðarmála.
- 4) Ráðstafanirnar, sem kveðið er á um í þessari tilskipun, eru í samræmi við álit fastanefndarinnar um matvælaferli og heilbrigði dýra.

SAMÞYKKT TILSKIPUN ÞESSA:

1. gr.

Aðildarríkin skulu gera allar nauðsynlegar ráðstafanir til þess að tryggja að taka sýna vegna opinbers eftirlits með magni bensó(a)þýrens 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 magni bensó(a)þýrens í matvælum, séu í samræmi við þær viðmiðanir sem lýst er í II. viðauka við þessa tilskipun.

3. gr.

Aðildarríkin skulu samþykkja nauðsynleg lög og stjórnsýslu-fyrirmæli til að fara að tilskipun þessari innan 12 mánaða frá birtingu hennar. Þau skulu þegar í stað senda framkvæmdastjórninni texta þessara ákvæða og samsvörunartöflu milli viðkomandi ákvæða og þessarar tilskipunar.

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 Evrópusambandsins*.

Tilskipun þessari er beint til aðildarríkjanna.

Gjört í Brussel 4. febrúar 2005.

Fyrir hönd framkvæmdastjórnarinnar,

Markos KYPRIANOU

framkvæmdastjóri.

(*) Þessi EB-gerð birtist í Stjtið. ESB L 34, 8.2.2005, bls. 15. Hennar var getið í ákvörðun sameiginlegu EES-nefndarinnar nr. 96/2005 frá 8. júlí 2005 um breytingu á II. viðauka (Tæknilegar reglugerðir, staðlar, prófanir og vottun) við EES-samninginn, sjá *EES-viðbætur við Stjórnartíðindi Evrópusambandsins* nr. 52, 13.10.2005, bls. 13.

⁽¹⁾ Stjtið. EB L 372, 31.12.1985, bls. 50. Tilskipuninni var breytt með reglugerð Evrópuþingsins og ráðsins (EB) nr. 1882/2003 (Stjtið. EB L 284, 31.10.2003, bls. 1).

⁽²⁾ Stjtið. EB L 77, 16.3.2001, bls. 1. Reglugerðinni var síðast breytt með reglugerð (EB) nr. 208/2005 (Stjtið. EB L 34, bls. 3).

⁽³⁾ Stjtið. EB L 290, 24.11.1993, bls. 14. Tilskipuninni var breytt með reglugerð (EB) nr. 1882/2003.

I. VIÐAUKI

SÝNATÖKUADFERÐIR VIÐ OPINBERT EFTIRLIT MEÐ MAGNI BENSÓ(A)PÝRENS Í MATVÆLUM

1. **Tilgangur og gildissvið**

Sýni til opinbers eftirlits með magni bensó(a)pýrens í matvælum skulu tekin samkvæmt þeim aðferðum sem er lýst hér á eftir. Safnsýni, tekin á þann hátt, skulu talin dæmigerð fyrir framleiðslueininguna. Ákvarðað skal á grundvelli þess magns, sem finnst í rannsóknarsýnum, hvort farið er 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, s.s. að því er varðar uppruna, tegund, gerð umbúða, pakkanda, sendanda eða merkingar.

„Framleiðsluhluti“: tiltekinn hluti framleiðslueiningar sem er valinn þannig að það samræmist sýnatökuaðferðinni sem er notuð 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 eru tekin úr framleiðslueiningunni eða framleiðsluhlutanum.

„Rannsóknarsýni“: sýni ætlað til rannsókna á rannsóknarstofu.

3. **Almenn ákvæði**3.1. *Starfsfólk*

Viðurkenndur einstaklingur skal annast sýnatöku svo sem aðildarríkin kveða á um.

3.2. *Efni til sýnatöku*

Taka ber sýni úr hverri framleiðslueiningu sem á að rannsaka.

3.3. *Varúðarráðstafanir*

Gera þarf varúðarráðstafanir þegar rannsóknarsýni eru tekin og undirbúin til þess að forðast breytingar sem gætu haft áhrif á magn bensó(a)pýrens, haft neikvæð áhrif á niðurstöðu greiningarinnar eða valdið því að safnsýnin verði 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.

3.5. *Undirbúningur safnsýnis*

Safnsýni er myndað með því að sameina öll hlutasýnin. Safnsýnið er síðan jafnblandað á rannsóknarstofu nema það brjóti í bága við lið 3.6.

3.6. *Samhliða rannsóknarsýni*

Taka ber samhliða rannsóknarsýni, vegna fullnustu ákvæða, verslunarverndar eða úrskurðarmála, úr jafnblönduðu safnsýni svo fremi það stangist ekki á við reglur aðildarríkjanna um sýnatöku.

3.7. *Pökkun og flutningur sýna*

Hvert sýni skal sett í hreinar, hvarftregar umbúðir sem verja það nægilega gegn mengun og skemmdum í flutningi. Gera skal allar varúðarráðstafanir til þess að koma í veg fyrir breytingu á samsetningu sýnisins sem gæti átt sér stað meðan á flutningi eða geymslu stendur.

3.8. *Innsigluð og merking sýna*

Hvert sýni, sem tekið er til opinberra nota, skal innsiglað á sýnatökustað og merkt samkvæmt reglum 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. Sýnatökuáætlanir

Sýnatökuáærfærið, sem notuð er, skal tryggja að safnsýnið sé dæmigert fyrir framleiðslueininguna sem eftirlitið beinist að.

4.1. Fjöldi hlutasýna

Þegar um er að ræða olíu, þar sem gera má ráð fyrir að dreifing bensó(a)þýrens sé einsleit, nægir að taka þrjú hlutasýni úr hverri framleiðslueiningu í safnsýninu. Tilvísun í númer framleiðslueiningar skal koma fram. Að því er ólífuolíu og ólífuhratólíu varðar eru frekari upplýsingar um sýnatöku veittar í reglugerð framkvæmdastjórnarinnar (EB) nr. 1989/2003 ⁽¹⁾.

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, minnst 100 g hvert og safnsýni minnst 300 g (sbr. lið 3.5).
TAFLA 1

Lágmarksfjöldi hlutasýna sem taka ber úr framleiðslueiningu

| Þyngd framleiðslueiningar (í 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 pökkum.

TAFLA 2

Fjöldi pakka (hlutasýni) sem þarf í safnsýnið þegar framleiðslueiningin samanstendur af einstökum pökkum

| Fjöldi pakka eða eininga í framleiðslueiningunni eða framleiðsluhlutanum | Fjöldi pakka eða eininga sem til 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 |

4.2. Sýnataka á smásölustigi

Sýnataka matvæla á smásölustigi ætti að fara fram, ef hægt er, í samræmi við framangreind ákvæði um sýnatöku. Ef það reynist ekki mögulegt er hægt að nota aðrar skilvirkar sýnatökuáærfæri á smásölustigi, að því tilskildu að sýnið úr framleiðslueiningunni sé nægilega dæmigert.

5. Samræmi framleiðslueiningar eða framleiðsluhluta við forskriftir

Rannsóknarstofan, sem annast eftirlit, skal greina rannsóknarsýnið tvisvar ef niðurstöður fyrstu greiningarinnar eru minna en 20% undir eða yfir hámarksgildum, og skal í þeim tilvikum reikna meðaltal niðurstaðanna.

Framleiðslueiningin er viðurkennd ef niðurstaða fyrstu greiningarinnar eða, ef tvöföld greining er nauðsynleg, meðalgildið er í samræmi við viðkomandi hámarksgildi, sem mælt er fyrir um í reglugerð (EB) nr. 466/2001, að teknu tilliti til mælióvissu og leiðréttingar fyrir endurheimt.

Framleiðslueiningin er ekki í samræmi við það hámarksgildi, sem mælt er fyrir um í reglugerð (EB) nr. 466/2001, ef niðurstaða fyrstu greiningarinnar eða, ef tvöföld greining er nauðsynleg, meðaltalið fer án vafa yfir hámarksgildið, að teknu tilliti til mælióvissu og leiðréttingar fyrir endurheimt.

⁽¹⁾ Stjórn. ESB L 295, 13.11.2003, bls. 57.

II. VIÐAUKI

UNDIRBÚNINGUR SÝNA OG VIÐMIÐANIR FYRIR GREININGARAÐFERÐIR SEM NOTAÐAR ERU VIÐ OPINBERT EFTIRLIT Á MAGNI BENSÓ(A)PÝRENS Í MATVÆLUM

1. Varúðarráðstafanir og almenn atriði er varða bensó(a)pýren í sýnum úr matvælum

Grunnkrafan er að ná dæmigerðu og einsleitu rannsóknarsýni án þess að það verði fyrir utanaðkomandi mengun.

Greinandinn skal tryggja að sýni mengist ekki við undirbúning. Skola skal ílát fyrir notkun með mjög hreinu asetoni eða hexani (með efnagreiningarhreinleika, HPLC-gæði eða samsvarandi hreinleiki) til að draga úr mengunarhættu. Hvar sem því verður við komið skulu tæki, sem komast í snertingu við sýni, vera úr hvarftregu efni á borð við ál, gler eða slípað, ryðfrítt stál. Ekki skal nota plastefni, s.s. pólýprópýlen, PTFE o.s.frv., þar eð þessi efni geta sogið í sig greiniefnið.

Nota skal allt efni sýnisins, sem rannsóknarstofan tekur á móti, við undirbúning prófunarefnis. Einungis sýni sem hafa verið jafnblönduð af mikilli nákvæmni gefa samanburðarnákvæmar niðurstöður.

Til eru margar sérstakar aðferðir við undirbúning sýna, sem gefa fullnægjandi niðurstöður og hægt er að nota.

2. Meðhöndlun sýnisins á rannsóknarstofunni

Hvert sýni er fínalað (að svo miklu leyti sem þörf er á) og blandað vandlega saman með aðferð sem sannað þykir að tryggji fullkomna jafnblöndun.

3. Frekari skipting sýna með tilliti til fullnustu ákvæða eða verslunarverndar

Taka ber samhlíða sýni, með tilliti til fullnustu ákvæða, verslunarverndar eða úrskurðarmála, úr jafnblandaða efninu svo fremi að það stangist ekki á við reglur aðildarríkjanna um sýnatöku.

4. Greiningaraðferð, sem nota ber á rannsóknarstofunni, og kröfur um eftirlit á rannsóknarstofu

4.1. Skilgreiningar

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

$r =$ Endurtekningarnákvæmni: 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 liggja innan tiltekinnar 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
 $[(s_r/\bar{x}) \times 100]$.

$R =$ Samanburðarnákvæmni: 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 liggja innan tiltekinnar 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
 $[(s_R/\bar{x}) \times 100]$, þar sem \bar{x} er meðaltal niðurstaðna fyrir allar rannsóknarstofur og öll sýni.

$HORRAT_r =$ mælt RSD_r , deilt með RSD_r -gildinu sem er áætlað út frá Horwitz-jöfnunni (1. heimild) þar sem $r = 0,66R$.

$HORRAT_R =$ mælt RSD_R -gildi, deilt með RSD_R -gildinu sem reiknað er út frá Horwitz-jöfnunni.

$U =$ er útvíkkaða mælióvissan með þekjustuðulinn 2 sem gefur u.þ.b. 95% áreiðanleika.

4.2. *Almennar kröfur*

Greiningaraðferðir, sem notaðar eru við matvælaeftirlit, skulu samræmast 1. og 2. lið í viðauka við tilskipun ráðsins 85/591/EBE.

4.3. *Sérstakar kröfur*

Hafi ekki verið mælt fyrir um neinar sérstakar aðferðir til þess að ákvarða magn bensó(a)þýrens í matvælum á vettvangi Bandalagsins er rannsóknarstofum heimilt að velja hverja þá fullgiltu aðferð sem samræmist þeim nothæfisviðmiðunum sem eru tilgreindar í töflunni. Við fullgildinguna skal helst nota löggiltar heimildir.

TAFLA

Nothæfisviðmiðanir við greiningaraðferðir fyrir bensó(a)þýren

| Færibreyta | Gildi/athugasemd |
|--------------------|---|
| Notkunarsvið | Matvæli sem tilgreind eru í reglugerð (EB) nr. .../2005 |
| Greiningarmörk | Ekki meira en 0,3 µg/kg |
| Magngreiningarmörk | Ekki meira en 0,9 µg/kg |
| Samkvæmni | HORRAT _I - eða HORRAT _R -gildi sem eru lægri en 1,5 í samanburðarprófum til fullgildingar |
| Endurheimt | 50%–120% |
| Sértæki | Laus við truflanir frá uppistöðuefni eða rótruflanir, sannprófun á staðfestri greiningu |

4.3.1. *Nothæfisviðmiðanir — Notkun óvissuáðferðar*

Þó má einnig nota óvissuáðferð til að meta nothæfi þeirrar greiningaraðferðar sem ætlunin er að beita á rannsóknarstofunni. Rannsóknarstofan getur notað aðferð sem gefur niðurstöður innan hámarksstaðalóvissu. Hámarksstaðalóvissuna má reikna út með eftirfarandi formúlu:

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

þar sem:

Uf er hámarksstaðalóvissan

LOD eru greiningarmörk aðferðarinnar

C er viðkomandi styrkur

Ef greiningaraðferð gefur niðurstöður með óvissumælingu, sem er undir hámarksstaðalóvissu, er aðferðin jafnhentug og hver önnur aðferð sem samræmist þeim nothæfisviðmiðunum sem eru tilgreindar í töflunni.

4.4. *Útreikningur á endurheimt og greinargerð um niðurstöður*

Greina skal frá niðurstöðum greininga, leiðréttum eða óleiðréttum, fyrir endurheimt. Tilgreina skal aðferð, sem notuð er til að greina frá niðurstöðum, og endurheimt. Niðurstöður greininga, leiðréttar að því er varðar endurheimt, eru notaðar til að hafa eftirlit með því að farið sé að kröfum (sjá 5. lið 1. viðauka).

Greinandinn skal hafa hliðsjón af „skýrslu framkvæmdastjórnarinnar um tengsl milli greiningarniðurstaðna, mælióvissu, endurheimtarstuðla og ákvæða í matvælaölggjöf Evrópusambandsins“ (2. heimild).

Greina skal frá niðurstöðum greiningar sem x+/- U þar sem x er niðurstaða greiningarinnar og U er mælióvissan.

4.5. *Gæðastaðlar fyrir rannsóknarstofur*

Rannsóknarstofur verða að fara að ákvæðum tilskipunar 93/99/EBE.

4.6. *Annað sem hafa skal í huga við greininguna*

Hæfnisprófun

Hlutdeild í viðeigandi hæfnisprófunarkerfi, sem er í samræmi við „International Harmonised Protocol for the Proficiency Testing of (Chemical) Analytical Laboratories“ (3. heimild), sem er byggt upp á vegum IUPAC/ISO/AOAC.

Innra gæðaeftirlit

Rannsóknarstofur verða að geta sýnt fram á að þær hafi tekið upp tilteknar aðferðir fyrir gæðaeftirlit. Í „ISO/AOAC/IUPAC Guidelines on Internal Quality Control in Analytical Chemistry Laboratories“ (4. heimild) eru dæmi um slíkar aðferðir.

HEIMILDASKRÁ

1. W. Horwitz, „*Evaluation of Analytical Methods for Regulation of Foods and Drugs*“, Anal. Chem., 1982, 54, 67A–76A.
 2. Skýrsla framkvæmdastjórnarinnar um tengsl milli greiningarniðurstaðna, mælióvissu, endurheimtarstuðla og ákvæða í matvælaálggjöf Evrópusambandsins (*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*, ritstj. M. Thompson og R. Wood, Pure Appl. Chem., 1993, 65, 2123–2144 (Einnig birt í J. AOAC *International*, 1993, 76, 926).
 4. ISO/AOAC/IUPAC *International Harmonised Guidelines for Internal Quality Control in Analytical Chemistry Laboratories*, ritstj. M. Thompson og R. Wood, Pure Appl. Chem., 1995, 67, 649–666.
-