

KOMMISJONSDIREKTIV 2001/22/EF

2003/EØS/6/10

av 8. mars 2001

om fastsettelse av prøvetakings- og analysemetoder for offentlig kontroll av innholdet av bly, kadmium, kvikksølv og 3-MCPD i næringsmidler(*)

KOMMISJONEN FOR DE EUROPEISKE FELLESKAP HAR —

under henvisning til traktaten om opprettelse av Det europeiske fællesskap,

under henvisning til rådsdirektiv 85/591/EØF av 20. desember 1985 om innføring på fællesskapsplan av metoder for prøvetaking og analyse med hensyn til kontroll av næringsmidler beregnet på konsum⁽¹⁾, særlig artikkel 1, og

ut fra følgende betraktninger:

- 1) I henhold til rådsforordning (EØF) nr. 315/93 av 8. februar 1993 om fastsettelse av framgangsmåter i Fællesskapet i forbindelse med forurensende stoffer i næringsmidler⁽²⁾ må det fastsettes øvre grenser for innhold av visse forurensende stoffer i næringsmidler for å verne folkehelsen.
- 2) I kommisjonsforordning (EF) nr. 466/2001 av 8. mars 2001⁽³⁾ om fastsettelse av øvre grenser for innhold av visse forurensende stoffer i næringsmidler er det blant annet fastsatt øvre grenser for innhold av bly, kadmium, kvikksølv og 3-monoklor-1,2-propandiol (3-MCPD) i næringsmidler med henvisning til bestemmelsene om hvilke prøvetakings- og analysemetoder som skal brukes.
- 3) I rådsdirektiv 89/397/EØF av 14. juni 1989 om offentlig kontroll av næringsmidler⁽⁴⁾ er det fastsatt alminnelige prinsipper for gjennomføring av kontrollen av næringsmidler. I rådsdirektiv 93/99/EØF av 29. oktober 1993 om tilleggstiltak i forbindelse med offentlig kontroll av næringsmidler⁽⁵⁾ er det innført en ordning med kvalitetsstandarder for de laboratorier som på oppdrag fra medlemsstatene foretar den offentlige kontroll av næringsmidler.

4) Prøvetaking spiller en svært viktig rolle når det gjelder å oppnå representative resultater ved fastsettelsen av innholdet av forurensende stoffer, som kan være svært uensartet fordelt i et parti.

5) I direktiv 85/591/EØF er det fastsatt alminnelige kriterier for prøvetakings- og analysemetoder, men i visse tilfeller er det nødvendig med mer spesifikke kriterier for å sikre at laboratoriene som foretar kontrollen, bruker analysemetoder med samme grad av pålitelighet.

6) Bestemmelsene om prøvetakingen og analysemetodene er fastsatt på grunnlag av nåværende kunnskap, og kan tilpasses i tråd med den vitenskapelige og tekniske utvikling.

7) Tiltakene fastsatt i dette direktiv er i samsvar med uttalelse fra Den faste komité for næringsmidler —

VEDTATT DETTE DIREKTIV:

Artikkel 1

Medlemsstatene skal treffe alle nødvendige tiltak for å sikre at prøvetaking for offentlig kontroll av innholdet av bly, kadmium, kvikksølv og 3-MCPD i næringsmidler utføres etter de metoder som er beskrevet i vedlegg I til dette direktiv.

Artikkel 2

Medlemsstatene skal treffe alle nødvendige tiltak for å sikre at tillaging av prøver og analysemetoder brukt ved offentlig kontroll av innholdet av bly, kadmium, kvikksølv og 3-MCPD i næringsmidler, oppfyller kriteriene i vedlegg II til dette direktiv.

(*) Denne fællesskapsrettsakten, kunngjort i EFT L 77 av 16.3.2001, s. 14, er omhandlet i EØS-komiteens beslutning nr. 51/2002 av 31. mai 2002 om endring av EØS-avtalens vedlegg II (Tekniske forskrifter, standarder, prøving og sertifisering), se EØS-tillegget til De Europeiske Fællesskaps Tidende nr. 44 av 5.9.2002, s. 5.

⁽¹⁾ EFT L 372 av 31.12.1985, s. 50.

⁽²⁾ EFT L 37 av 13.2.1993, s. 1.

⁽³⁾ EFT L 77 av 16.3.2001, s. 1.

⁽⁴⁾ EFT L 186 av 30.6.1989, s. 23.

⁽⁵⁾ EFT L 290 av 24.11.1993, s. 14.

Artikkel 3

Medlemsstatene skal innen 5. april 2003 sette i kraft de lover og forskrifter som er nødvendige for å etterkomme dette direktiv. De skal umiddelbart underrette Kommisjonen om dette.

Disse bestemmelsene skal, når de vedtas av medlemsstatene, inneholde en henvisning til dette direktiv, eller det skal vises til direktivet når de kunngjøres. Nærmere regler for henvisningen fastsettes av medlemsstatene.

Artikkel 4

Dette direktiv trer i kraft den 20. dag etter at det er kunngjort i *De Europeiske Fellesskaps Tidende*.

Dette direktiv er rettet til medlemsstatene.

Utferdiget i Brussel, 8. mars 2001.

For Kommisjonen

David BYRNE

Medlem av Kommisjonen

*VEDLEGG I***PRØVETAKINGSMETODER FOR OFFENTLIG KONTROLL AV INNHOLDET AV BLY, KADMIMUM, KVIKKSØLV OG 3-MCPD I VISSE NÆRINGSMIDLER****1. FORMÅL OG VIRKEOMRÅDE**

Prøver beregnet på offentlig kontroll av innholdet av bly, kadmium, kvikksølv og 3-MCPD i næringsmidler skal tas etter de metoder som er beskrevet nedenfor. Samleprøver som oppnås på denne måten, skal anses som representative for de partiene eller delpartiene de er tatt fra. På grunnlag av det innholdet som er funnet i laboratorieprøvene, skal det fastslås om de øvre grensene fastsatt i forordning (EF) nr. 466/2001 er overholdt.

2. DEFINISJONER

| | |
|-------------------|---|
| Parti: | En identifiserbar mengde av et næringsmiddel levert under ett, der det ved offentlig kontroll er fastslått felles kjennetegn som f.eks. opprinnelse, art, emballasjetype, emballeringsbedrift, avsender eller merking. Når det gjelder fisk skal også fiskens størrelse være sammenlignbar. |
| Delparti: | Del av et stort parti som er valgt ut med sikte på bruk av prøvetakingsmetoden. Hvert delparti skal være fysisk atskilt og identifiserbart. |
| Enkeltprøve: | En materialmengde som er tatt ut på ett enkelt sted i partiet eller delpartiet. |
| Samleprøve: | Summen av enkeltprøvene fra et parti eller delparti. |
| Laboratorieprøve: | Prøve beregnet på laboratoriet. |

3. ALMINNELIGE BESTEMMELSER**3.1. Personale**

Prøvetakingen skal utføres av en kvalifisert person som er utpekt for dette formål av medlemsstatene.

3.2. Materiale til prøvetaking

Prøvetakingen skal foretas separat for hvert parti.

3.3. Forholdsregler

Under prøvetakingen og tillagingen av laboratorieprøvene skal det tas forholdsregler for å unngå forandringer som kan ha innvirkning på innholdet av bly, kadmium, kvikksølv og 3-MCPD, ha skadelig innvirkning på den analytiske bestemmelse, eller forårsake at samleprøvene ikke er representative.

3.4. Enkeltprøver

Enkeltprøver bør så vidt mulig tas fra forskjellige steder i hele partiet eller delpartiet. Avvik fra denne framgangsmåten skal registreres i rapporten omhandlet i nr. 3.8.

3.5. Tillaging av samleprøven

Samleprøven oppnås ved å samle alle enkeltprøvene. Den skal veie minst 1 kg, med mindre det ikke er praktisk mulig, f.eks. ved prøvetaking av en enkeltpakning.

3.6. Inndeling av en samleprøve i laboratorieprøver for håndhevings-, klageadgangs- og referanseformål

Laboratorieprøvene for håndhevings-, handels- (klageadgangs-) og referanseformål skal tas fra den homogeniserte samleprøven, med mindre dette er i strid med medlemsstatenes bestemmelser om prøvetaking. Laboratorieprøvene for håndhevingsformål skal være så store at det kan utføres minst to analyser.

3.7. Emballering og transport av samleprøver og laboratorieprøver

Hver samleprøve og laboratorieprøve skal plasseres i en ren beholder av inert materiale som gir tilstrekkelig beskyttelse mot forurensning, mot at innsiden av beholderen absorberer analytter og mot skader under transport. Alle nødvendige forholdsregler skal tas for å unngå endringer av samleprøvenes og laboratorieprøvenes sammensetning som kan oppstå under transport eller lagring.

3.8. Forsegling og merking av samleprøvene og laboratorieprøvene

Hver prøve som er tatt til offentlig bruk, skal forsegles på prøvetakingsstedet og identifiseres i samsvar med gjeldende regler i medlemsstaten. For hver prøvetaking skal det utarbeides en rapport, slik at hvert parti entydig kan identifiseres, med angivelse av dato og sted for prøvetakingen og ytterligere opplysninger som kan være til hjelp for den som foretar analysen.

4. PRØVETAKINGSPLANER

Prøvetakingen bør helst skje idet varen kommer inn i næringskjeden og et særlig parti er identifiserbart. Prøvetakingsmetoden skal sikre at samleprøven er representativ for partiet som skal kontrolleres.

4.1. Antall enkeltprøver

For flytende produkter der det kan antas at det berørte forurensende stoffet er ensartet fordelt i et gitt parti, er det tilstrekkelig å ta én enkeltprøve per parti som utgjør samleprøven. Det skal henvises til partinummeret. Flytende produkter som inneholder hydrolysert vegetabilsk protein (HVP) eller flytende soyasaus, skal ristes godt eller homogeniseres på andre måter før enkeltprøven tas.

For andre produkter er det minste antall enkeltprøver som skal tas fra partiet, angitt i tabell 1. Enkeltprøvene skal ha tilnærmet samme vekt. Avvik fra denne framgangsmåten skal registreres i rapporten omhandlet i nr. 3.8.

Tabell 1: Minste antall enkeltprøver som skal tas fra partiet

| Partiets vekt (kg) | Minste antall enkeltprøver som skal ta |
|--------------------|--|
| < 50 | 3 |
| 50-500 | 5 |
| > 500 | 10 |

Dersom partiet består av enkeltpakninger, er antall pakninger som skal utgjøre en samleprøve, angitt i tabell 2.

Tabell 2: Antall pakninger (enkeltprøver) som skal utgjøre samleprøven dersom partiet består av enkeltpakninger

| Antall pakninger eller enheter i partiet | Antall pakninger eller enheter som skal tas |
|--|---|
| 1-25 | 1 pakning eller enhet |
| 26-100 | Ca. 5 %, minst 2 pakninger eller enheter |
| > 100 | Ca. 5 %, høyst 10 pakninger eller enheter |

5. PARTIETS ELLER DELPARTIETS SAMSVAR MED SPESIFIKASJONENE

Kontrollaboratoriet skal foreta minst to uavhengige analyser av laboratorieprøver for håndhevingsformål og beregne gjennomsnittet av resultatene. Partiet godkjennes dersom gjennomsnittet er i samsvar med den respektive øvre grensen fastsatt i forordning (EF) nr. 466/2001. Det avvises dersom gjennomsnittet overskrider den respektive øvre grensen.

VEDLEGG II

**TILLAGING AV PRØVER OG KRITERIER FOR ANALYSEMETODER BRUKT VED
OFFENTLIG KONTROLL AV INNHOLDET AV BLY, KADMIUM, KVIKKSØLV OG
3-MCPD I VISSE NÆRINGSMIDLER**

1. INNLEDNING

Det grunnleggende kravet er å oppnå en representativ og ensartet laboratorieprøve uten sekundær forurensning.

2. SÆRLIGE FRAMGANGSMÅTER FOR TILLAGING AV PRØVER AV BLY, KADMIUM OG KVIKKSØLV

Det finnes mange tilfredsstillende særlige framgangsmåter for tillaging av prøver som kan brukes for de aktuelle produktene. De framgangsmåtene som beskrives i utkastet til CEN-standarden «Foodstuffs — Determination of trace elements — Performance criteria and general consideration» anses som tilstrekkelige(a), men andre kan være like egnet.

Uansett framgangsmåte må følgende punkter tas i betraktning:

- Toskallede bløtdyr, krepsdyr og småfisk: Dersom disse normalt spises hele, skal innvollene inngå i materialet som skal analyseres.
- Grønnsaker: Det skal tas prøver bare av den spiselige delen, idet det tas hensyn til kravene i forordning (EF) nr. 466/2001.

3. ANALYSEMETODE SOM LABORATORIET SKAL BRUKE, OG KRAV TIL LABORATORIEKONTROLL

3.1. Definisjoner

Nedenfor følger noen av de vanligste definisjonene som laboratoriene skal bruke.

$r =$ Repeterbarhet: den verdi som den absolutte forskjell mellom to enkeltstående prøvingsresultater oppnådd under repeterbarhetsforhold (dvs. samme prøve, samme person, samme apparatur, samme laboratorium og kort tidsintervall) med en bestemt sannsynlighet (normalt 95 %) kan forventes å ligge under; $r = 2,8 \times S_r$.

$s_r =$ Standardavvik beregnet ut fra resultater oppnådd under repeterbarhetsforhold.

$RSD_r =$ Relativt standardavvik beregnet ut fra resultater oppnådd under repeterbarhetsforhold $[(s_r / \bar{x}) \times 100]$, der \bar{x} er gjennomsnittet av resultatene for samtlige laboratorier og prøver.

$R =$ Reproduserbarhet: den verdi som den absolutte forskjell mellom enkeltstående prøvingsresultater oppnådd under reproduserbarhetsforhold (dvs. av personer ved ulike laboratorier ved bruk av den standardiserte prøvingsmetoden med identisk materiale) med en bestemt sannsynlighet (normalt 95 %) kan forventes å ligge under; $R = 2,8 \times S_R$.

$s_R =$ Standardavvik beregnet ut fra resultater oppnådd under reproduserbarhetsforhold.

$RSD_R =$ Relativt standardavvik beregnet ut fra resultater oppnådd under reproduserbarhetsforhold $[(s_R / \bar{x}) \times 100]$.

$HORRAT_r =$ Målt RSD_r delt på RSD_r -verdien beregnet ved hjelp av Horwitz' ligning der det antas at $r = 0,66R$.

$HORRAT_R =$ Målt RSD_R -verdi delt på RSD_R -verdien beregnet ved hjelp av Horwitz' ligning^(b).

3.2. Alminnelige krav

Analysemetodene som brukes ved kontroll av næringsmidler, skal så langt det er mulig være i samsvar med bestemmelsene i nr. 1 og 2 i vedlegget til rådsdirektiv 85/591/EØF.

Når det gjelder analyse av blyinnholdet i vin, er den metoden som skal brukes fastsatt i kapittel 35 i vedlegget til kommisjonsforordning (EØF) nr. 2676/90 om fastsettelse av felles analysemetoder for vin⁽¹⁾.

3.3. Særlige krav

3.3.1. Analyser av bly, kadmium og kvikksølv

Det er ikke fastsatt særlige metoder for bestemmelse av innholdet av bly, kadmium og kvikksølv. Laboratoriene skal bruke en godkjent metode som oppfyller kvalitetskravene i tabell 3. Dersom det er mulig, skal det ved godkjenningen inkluderes et sertifisert referansemateriale i prøvingsmaterialet fra den felles prøvingen.

Tabell 3: Kvalitetskrav til metoder for bly-, kadmium- og kvikksølvanalyser

| Parameter | Verdi/merknad |
|---|--|
| Bruksområde | Næringsmidler omhandlet i forordning (EF) nr. 466/2001 |
| Påvisningsgrense Grense for mengdebestemmelse | Høyst en tidel av verdien som er spesifisert i forordning (EF) nr. 466/2001, med mindre den spesifiserte verdien for bly er mindre enn 0,1 mg/kg. I så fall høyst en femdel av den spesifiserte verdien. |
| Presisjon | Høyst en femdel av verdien som er spesifisert i forordning (EF) nr. 466/2001, med mindre den spesifiserte verdien for bly er mindre enn 0,1 mg/kg. I så fall høyst to femdel av den spesifiserte verdien |
| Gjenfinning | HORRAT _r - eller HORRAT _R -verdier under 1,5 i godkjenningens felles prøving 80-120 % (som angitt i den felles prøvingen) |
| Spesifisitet | Uten matrise eller spektrale interferenser |

3.3.2. 3-MCPD-analyse

Det er ikke fastsatt særlige metoder for bestemmelse av innholdet av 3-MCPD. Laboratoriene skal bruke en godkjent metode som oppfyller kvalitetskravene i tabell 4. Dersom det er mulig, skal det ved godkjenningen inkluderes et sertifisert referansemateriale i prøvingsmaterialet fra den felles prøvingen. En særlig metode er blitt godkjent i en felles prøving og har vist seg å oppfylle kravene i tabell 4^(c).

⁽¹⁾ EFT L 272 av 3.10.1990, s. 1.

Tabell 4: Kvalitetskrav til metoder for 3-MCPD-analyse

| Kriterium | Anbefalt verdi | Konsentrasjon |
|---|--|---|
| Blindprøver | Under påvisningsgrensen | — |
| Gjenfinning | 75-110 % | Alle |
| Grense for mengdebestemmelse | Høyst 10 µg/kg i tørrstoff | — |
| Blindprøvens standardavvik | Under 4 µg/kg | — |
| Intern presisjonsberegning — standardavvik ved gjentatte målinger med ulike konsentrasjoner | < 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. Vurdering av analysens nøyaktighet og gjenfinningsberegning

Der det er mulig skal analysenes nøyaktighet vurderes ved å inkludere egnet sertifisert referansemateriale i analyseserien.

Det skal tas hensyn til «Harmonised Guidelines for the Use of Recovery Information in Analytical Measurement»^(d), utarbeidet i regi av IUPAC/ISO/AOAC.

Analyseresultatet skal rapporteres korrigert eller ukorrigert. Registreringsmåte og gjenfinningsprosent må angis.

3.5. Kvalitetssikring av laboratoriene

Laboratoriene skal være i samsvar med bestemmelsene i direktiv 93/99/EØF.

3.6. Angivelse av resultater

Resultatene skal angis i samme enheter som de øvre grensene fastsatt i forordning (EF) nr. 466/2001.

HENVISNINGER

- (^a) Draft Standard prEN 13804, «Foodstuffs — Determination of Trace Elements — Performance Criteria and General Considerations», CEN, Rue de Stassart 36, B-1050 Bruxelles.
- (^b) W Horwitz, «Evaluation of Analytical Methods for Regulation of Foods and Drugs», *Anal. Chem.*, 1982, No. 54, 67A-76A.
- (^c) Method of Analysis to determine 3-Monochloropropane-1,2-Diol in Food and Food Ingredients using Mass Spectrometric Detection, submitted to CEN TC 275 and AOAC International (foreligger også som «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»).
- (^d) ISO/AOAC/IUPAC Harmonised Guidelines for the Use of Recovery Information in Analytical Measurement. *Edited* Michael Thompson, Steven L R Ellison, Ales Fajgelj, Paul Willetts and Roger Wood, *Pure Appl. Chem.*, 1999, No. 71, 337-348.