

KOMMISJONSDIREKTIV 2005/10/EF

2008/EØS/27/31

av 4. februar 2005

om fastsettelse av prøvetakings- og analysemetoder for offentlig kontroll av innholdet av benzo(a)pyren i næringsmidler(*)

KOMMISJONEN FOR DE EUROPEISKE FELLESKAP
HAR —

under henvisning til traktaten om opprettelse av Det europeiske fellesskap,

under henvisning til rådsdirektiv 85/591/EØF av 20. desember 1985 om innføring på fellesskapsplan 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 kommisjonsforordning (EF) nr. 466/2001 av 8. mars 2001 om fastsettelse av grenseverdier for visse forurensende stoffer i næringsmidler⁽²⁾ fastsettes grenseverdier for benzo(a)pyren, og det vises til bestemmelsene om hvilke prøvetakings- og analysemetoder som skal brukes.
- 2) Ved rådsdirektiv 93/99/EØF av 29. oktober 1993 om tilleggstiltak i forbindelse med offentlig kontroll av næringsmidler⁽³⁾ er det innført en ordning med kvalitetsstandarder for laboratorier som på oppdrag fra medlemsstatene foretar offentlig kontroll av næringsmidler.
- 3) Det bør fastsettes alminnelige kriterier som analysemetodene må oppfylle for å sikre at laboratoriene som foretar kontrollen, bruker analysemetoder med samme ytelsesnivå. Det er også av stor betydning at analyseresultatene rapporteres og tolkes på en ensartet måte for å sikre ensartet gjennomføring. Disse tolkningsreglene skal gjelde for analyseresultater fra prøver som tas ved offentlig kontroll. Ved analyse for klageadgangs- og referanseformål gjelder nasjonale regler.
- 4) Tiltakene fastsatt i dette direktiv er i samsvar med uttalelse fra Den faste komité for næringsmiddelkjeden og dyrehelsen —

Artikkel 1

Medlemsstatene skal treffe alle nødvendige tiltak for å sikre at prøvetaking for offentlig kontroll av innholdet av benzo(a)pyren 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 benzo(a)pyren i næringsmidler, oppfyller kriteriene i vedlegg II til dette direktiv.

Artikkel 3

Medlemsstatene skal senest tolv måneder etter at det er kunngjort sette i kraft de lover og forskrifter som er nødvendige for å etterkomme dette direktiv. De skal umiddelbart oversende Kommisjonen teksten til bestemmelsene og en sammenligningstabell som viser sammenhengen mellom disse bestemmelsene og bestemmelsene i dette direktiv.

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 *Den europeiske unions tidende*.

Dette direktiv er rettet til medlemsstatene.

Utferdiget i Brussel, 4. februar 2005.

For Kommisjonen

Markos KYPRIANOU

Medlem av Kommisjonen

(*) Denne fellesskapsrettsakten, kunngjort i EUT L 34 av 8.2.2005, s. 15, er omhandlet i EØS-komiteens beslutning nr. 96/2005 av 8. juli 2005 om endring av EØS-avtalens vedlegg II (Tekniske forskrifter, standarder, prøving og sertifisering), se EØS-tillegget til *Den europeiske unions tidende* nr. 60 av 24.11.2005, s. 13.

(¹) EFT L 372 av 31.12.1985, s. 50. Direktivet endret ved europaparlaments- og rådsforordning (EF) nr. 1882/2003 (EUT L 284 av 31.10.2003, s. 1).

(²) EFT L 77 av 16.3.2001, s. 1. Forordningen sist endret ved forordning (EF) nr. 208/2005 (EUT L 34 av 8.2.2005, s. 3).

(³) EFT L 290 av 24.11.1993, s. 14. Direktivet endret ved forordning (EF) nr. 1882/2003.

VEDLEGG I

PRØVETAKINGSMETODER FOR OFFENTLIG KONTROLL AV INNHOLDET AV BENZO(A)PYREN I NÆRINGSMIDLER**1. Formål og virkeområde**

Prøver beregnet på offentlig kontroll av innholdet av benzo(a)pyren i næringsmidler skal tas etter de metoder som er beskrevet nedenfor. Samleprøver som oppnås på denne måten, skal anses som representative for partiene. På grunnlag av det innholdet som blir funnet i laboratorieprøvene, skal det fastslås om grenseverdiene 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.

«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 prøvene skal det tas forholdsregler for å unngå forandringer som kan ha innvirkning på innholdet av benzo(a)pyren, 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.

3.5. Tillaging av samleprøven

Samleprøven oppnås ved å samle alle enkeltprøvene. Denne samleprøven homogeniseres i laboratoriet med mindre dette er uforenlig med gjennomføringen av nr. 3.6.

3.6. Parallellprøver

Parallellprøvene som tas for håndhevings-, handels- (klageadgangs-) eller referanseformål, skal tas av den homogeniserte samleprøven, med mindre dette er i strid med medlemsstatens bestemmelser om prøvetaking.

3.7. Emballering og transport av prøver

Hver prøve skal plasseres i en ren beholder av inert materiale som gir tilstrekkelig beskyttelse mot forurensning og mot skader under transport. Alle nødvendige forholdsregler skal tas for å unngå endringer av prøvens sammensetning som kan oppstå under transport eller lagring.

3.8. Forsegling og merking av prøver

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 kan identifiseres entydig med angivelse av dato og sted for prøvetakingen og ytterligere opplysninger som kan være til hjelp for den som foretar analysen.

4. Prøvetakingsplaner

Prøvetakingsmetoden skal sikre at samleprøven er representativ for partiet som skal kontrolleres.

4.1. Antall enkeltprøver

Når det gjelder oljer, der det kan antas at benzo(a)pyren er ensartet fordelt i et gitt parti, er det tilstrekkelig å ta tre enkeltprøver per parti som deretter skal utgjøre samleprøven. Partiets nummer skal angis. Ytterligere informasjon om prøvetaking av olivenolje og olje fra olivenpressrester finnes i kommisjonsforordning (EF) nr. 1989/2003⁽¹⁾.

For andre produkter er det minste antall enkeltprøver som skal tas fra partiet, angitt i tabell 1. Enkeltprøvene skal ha samme vekt, som skal være på minst 100 g, noe som gir en samleprøve på minst 300 g (se nr. 3.5).

TABELL 1

Minste antall enkeltprøver som skal tas fra partiet

Partiets vekt (kg)	Minste antall enkeltprøver som skal tas
< 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

Minste antall enkeltprøver som skal tas fra samleprøven dersom partiet består av enkeltpakninger

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

4.2. Prøvetaking i detaljstledet

Prøvetaking av næringsmidler i detaljstledet bør om mulig skje i samsvar med ovennevnte bestemmelser om prøvetaking. Dersom dette ikke er mulig, kan andre effektive framgangsmåter for prøvetaking i detaljstledet følges, forutsatt at de sikrer en tilstrekkelig representativ prøvetaking av partiet.

5. Partiets eller delpartiets samsvar med spesifikasjonene

Kontrollaboratoriet skal foreta to analyser av laboratorieprøver for håndhevingsformål dersom resultatet av den første analysen er mindre enn 20 % under eller over grenseverdien, og skal i disse tilfellene beregne gjennomsnittet av resultatene.

Partiet godkjennes dersom resultatet av den første analysen, eller gjennomsnittet når det kreves to analyser, ikke overskrider den respektive grenseverdien (som fastsatt i forordning (EF) nr. 466/2001), samtidig som det tas hensyn til måleusikkerhet og korrigeringsfaktor for gjenfinning.

Partiet er ikke i samsvar med grenseverdien (som fastsatt i forordning (EF) nr. 466/2001) dersom det er hevet over enhver rimelig tvil at resultatet av den første analysen, eller gjennomsnittet når det kreves to analyser, overskrider grenseverdien, samtidig som det tas hensyn til måleusikkerheten og korrigeringsfaktor for gjenfinning.

⁽¹⁾ EUT L 295 av 13.11.2003, s. 57.

VEDLEGG II

TILLAGING AV PRØVER OG KRITERIER FOR ANALYSEMETODER BRUKT VED OFFENTLIG KONTROLL AV INNHOLDET AV BENZO(A)PYREN I NÆRINGSMIDLER**1. Forholdsregler og generelle betraktninger om benzo(a)pyren i næringsmidler**

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

Den som foretar analysen bør sikre at prøvene ikke forurennes under tillagingen. Beholdere bør skylles før bruk med aceton eller heksan med høy renhet (p.A., HPLC-kvalitet eller tilsvarende) for å redusere risikoen for forurensning i størst mulig grad. Utstyr som kommer i kontakt med prøven, bør om mulig være laget av inert materiale, f.eks. aluminium, glass eller rustfritt stål. Plast som polypropylen, PTFE osv. bør unngås da analytten kan absorberes av disse materialene.

Alt prøvemateriale som laboratoriet mottar, skal brukes til tillaging av prøver. Bare svært godt homogeniserte prøver gir reproducerbare resultater.

Det finnes mange tilfredsstillende framgangsmåter for tillaging av prøver som kan brukes.

2. Behandling av prøven i laboratoriet

Hele samleprøven finnes (hvis det er relevant) og blandes omhyggelig etter en metode som sikrer fullstendig homogenisering.

3. Underoppdeling av prøver for håndhevings- og klageadgangsformål

Parallellprøvene som tas for håndhevings-, handels- (klageadgangs-) eller referanseformål, skal tas av det homogeniserte materialet, med mindre dette er i strid med medlemsstatens bestemmelser om prøvetaking.

4. Analysemetode som laboratoriet skal bruke, og krav til laboratoriekontroll**4.1. Definisjoner**

Nedenfor følger noen av de vanligst brukte definisjonene som laboratoriene skal bruke:

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

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

$RSD_r =$ Relativt standardavvik beregnet ut fra resultater oppnådd under repeterbarhetsforhold $[(s_r/\bar{X}) \times 100]$.

$R =$ Reproducerbarhet: den verdi som innenfor en bestemt sannsynlighet (normalt 95 %) kan forventes å ligge under den absolutte differanse mellom enkeltstående prøvingsresultater oppnådd under reproducerbarhetsforhold (dvs. av personer ved ulike laboratorier ved bruk av den standardiserte prøvingsmetoden med identisk materiale); hvorav følger at $R = 2,8 \times s_R$.

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

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

$HORRAT_r =$ målt RSD_r delt på RSD_r -verdien beregnet ved hjelp av Horwitz' ligning (se ref. 1) der det antas at $r = 0,66R$.

$HORRAT_R =$ målt RSD_R delt på RSD_R -verdien beregnet ved hjelp av Horwitz' ligning.

$U =$ utvidet usikkerhet, ved bruk av en dekningsfaktor på 2 som gir et konfidensnivå på ca. 95 %.

4.2. *Generelle krav*

Analysemetodene som benyttes ved kontroll av næringsmidler, skal være i samsvar med bestemmelsene i nr. 1 og 2 i vedlegget til rådsdirektiv 85/591/EØF.

4.3. *Særlige krav*

Dersom det ikke er fastsatt noen spesiell metode for bestemmelse av innholdet av benzo(a)pyren i næringsmidler på fellesskapsplan, kan laboratoriene selv velge hvilken validerte metode de vil bruke, forutsatt at den oppfyller ytelseskriteriene i tabell 2. Ved valideringen skal helst et sertifisert referansemateriale inngå.

TABELL

Ytelseskriterier for metoder for analyse av benzo(a)pyren

Parameter	Verdi/merknad
Anvendelsesområde	Næringsmidler angitt i forordning (EF) nr. .../2005
Påvisningsgrense	Høyst 0,3 µg/kg
Grense for mengdebestemmelse	Høyst 0,9 µg/kg
Presisjon	HORRAT _r - eller HORRAT _R -verdier under 1,5 i den felles valideringsprøvingen
Gjenfinning	50-120 %
Spesifisitet	Fri for matrise- eller spektralinterferens, verifisering av positiv påvisning

4.3.1. *Ytelseskriterier — Usikkerhetsmetode*

Det kan imidlertid også brukes en metode basert på usikkerhet for å vurdere egnetheten til den analysemetoden som laboratoriet skal bruke. Laboratoriet kan bruke en metode som vil gi resultater innenfor en høyeste standardusikkerhet. Høyeste standardusikkerhet kan beregnes ved hjelp av følgende formel:

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

der:

Uf er høyeste standardusikkerhet

LOD er metodens påvisningsgrense

C er den relevante konsentrasjonen

Dersom en analysemetode gir resultater med en måleusikkerhet som er mindre enn høyeste standardusikkerhet, er metoden like godt egnet som en metode som oppfyller ytelseskriteriene i tabellen.

4.4. *Gjenfinningsberegning og rapportering av resultater*

Analyseresultatet skal rapporteres korrigert eller ukorrigert for gjenfinning. Registreringsmåte og gjenfinningsprosent må oppgis. Analyseresultatet korrigert for gjenfinning brukes til å kontrollere at grenseverdien overholdes (se vedlegg I nr. 5).

Den som foretar analysen bør ta hensyn til *European Commission Report on the relationship between analytical results, the measurement of uncertainty, recovery factors and the provisions in EU food legislation* (se ref. 2).

Analyseresultatet skal rapporteres som $x \pm U$, der x er analyseresultatet og U er måleusikkerheten.

4.5. *Kvalitetsstandarder for laboratoriene*

Laboratoriene skal overholde bestemmelsene i direktiv 93/99/EØF.

4.6. *Andre hensyn i forbindelse med analysen***E g n e t h e t s p r ø v i n g e r**

Laboratoriene skal delta i egnede ordninger for egnethetsprøving som er i samsvar med *International Harmonised Protocol for the Proficiency Testing of (Chemical) Analytical Laboratories* (3), som er utarbeidet i regi av IUPAC/ISO/AOAC.

I n t e r n k v a l i t e t s k o n t r o l l

Laboratoriene bør kunne vise at de har tatt i bruk framgangsmåter for intern kvalitetskontroll. Eksempler på slike er å finne i *ISO/AOAC/IUPAC Guidelines on Internal Quality Control in Analytical Chemistry Laboratories* (4).

REFERANSER

1. W. Horwitz, *Evaluation of Analytical Methods for Regulation of Foods and Drugs*, Anal. Chem., 1982, 54, 67A-76A.
 2. *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/IUPACs *International Harmonised Protocol for Proficiency Testing of (Chemical) Analytical Laboratories*, redigert av M. Thompson og R. Wood, Pure Appl. Chem., 1993, 65, 2123-2144 (også offentliggjort i J. AOAC International, 1993, 76, 926).
 4. ISO/AOAC/IUPACs *International Harmonised Guidelines for Internal Quality Control in Analytical Chemistry Laboratories*, redigert av M. Thompson og R. Wood, Pure Appl. Chem., 1995, 67, 649-666.
-