

ДИРЕКТИВА 2001/22/ЕО НА КОМИСИЯТА
от 8 март 2001 година

относно определянето на методи за вземане на проби и методи за анализ за осъществяване на официалния контрол върху съдържанието на олово, кадмий, живак и 3-МСПД в храните

(Текст от значение за ЕИП)

КОМИСИЯТА НА ЕВРОПЕЙСКИТЕ ОБЩНОСТИ,

като взе предвид Договора за създаване на Европейската общност,

като взе предвид Директива 85/591/ЕИО на Съвета от 20 декември 1985 г. ~~за~~относно въвеждането на общностни методи за вземане на проби и методи за анализ за осъществяване на контрола върху храните, предназначени за консумация от човека⁽¹⁾, и по-специално член 1,

като има предвид, че:

(1) Регламент (ЕИО) № 315/93 на Съвета от 8 февруари 1993 г. относно установяването на общностни ~~те~~ процедури за замърсители в храните⁽²⁾ предвижда, че трябва да се определи ~~максималното~~пределно допустимото съдържание на някои замърсители в храните с цел защита на общественото здраве.

(2) Регламент (ЕО) № 466/2001 на Комисията от 8 март 2001 г. относно определянето на ~~пределно~~ максималното ~~допустимото~~ съдържание на някои замърсители в храните⁽³⁾ установява, наред с другото, максималното ~~норми за пределно допустимото~~ съдържание на олово, кадмий, живак и 3-монохлорпропан-1,2-диол (МСПД) в храните и се позовава на разпоредбите за определяне на методите за вземане на проби и методите за анализ, които следва да се прилагат.

(3) Директива 89/397/ЕИО на Съвета от 14 юни 1989 г. за официалния контрол върху храните⁽⁴⁾ утвърждава общите принципи за осъществяване на контрола върху храните. Директива 93/99/ЕИО на Съвета от 29 октомври 1993 г. относно допълнителните мерки за официалния контрол върху храните⁽⁵⁾ въвежда система от норми за качество на лабораториите, натоварени от държавите-членки да извършват официалния контрол върху храните.

(4) Вземането на проби има съществена роля за получаването на представителни резултати с оглед да се определи съдържанието на замърсители, които може да са хетерогенно разпръснати в една партида.

(5) Директива 85/591/ЕИО определи общите критерии за методите за вземане на проби и анализ, но в някои случаи са необходими по-специални критерии с оглед да се гарантира, че лабораториите за контрол използват методи за анализ, чиито резултати са сравними.

(6) Разпоредбите за вземането на проби и методите за анализ са съставени на базата на съвременната наука и биха могли да се привеждат в съответствие с развитието на науката и техниката.

(7) Мерките, предвидени в настоящата директива, съответстват на становището на Постоянния комитет по храните,

ПРИЕ НАСТОЯЩАТА ДИРЕКТИВА:

Член 1

Държавите-членки приемат всички мерки, които са необходими, с оглед да се гарантира, че вземането на проби за осъществяването на официалния контрол върху съдържанието на олово, кадмий, живак и 3-MCPD в храните се извършва в съответствие с методите, описани в Приложение I ~~към~~ настоящата директива.

(1) ОВ, L 372, 31.12.1985, стр. 50.

(2) ОВ, L 37, 13.2.1993, стр. 1.

(3) Вж. стр. 1 от настоящия "Официален вестник".

(4) ОВ, L 186, 30.6.1989, стр. 23.

(5) ОВ, L 290, 24.11.1993, стр. 14.

Член 2

Държавите-членки приемат всички мерки, които са необходими, с оглед да се гарантира, че приготвянето на пробите и методите за анализ, използвани при официалния контрол върху съдържанието на олово, кадмий, живак и 3-MCPD в храните, отговарят на критериите, описани в Приложение II ~~към~~ настоящата директива.

Член 3

Държавите-членки въвеждат законовите, подзаконовите нормативни разпоредби и административните разпоредби, които са необходими, за да ~~спазват~~ ~~приведат своето законодателство в съответствие с~~ настоящата директива, най-късно до 5 април 2003 година. Те незабавно уведомяват за това Комисията.

Когато държавите-членки приемат такива разпоредби, те се позовават на настоящата директива или то се извършва при официалното им обнародване. Условията и ~~Рредът и условията~~ на позоваване се определят от държавите-членки.

Член 4

Настоящата директива влиза в сила на двадесетия ден от датата на публикуването ѝ в *“Официален вестник” на Европейските общности*.

Държавите-членки са адресати на настоящата директива.

Съставено в Брюксел на 8 март 2001 година

За Комисията:

Дейвид Бърн,

Член на Комисията

ПРИЛОЖЕНИЕ I

МЕТОДИ ЗА ВЗЕМАНЕ НА ПРОБИ ЗА ОФИЦИАЛНИЯ КОНТРОЛ ВЪРХУ СЪДЪРЖАНИЕТО НА ОЛОВО, КАДМИЙ, ЖИВАК И 3-MCPD В НЯКОИ ХРАНИ

1. ЦЕЛИ И ПРИЛОЖНО ПОЛЕ

Вземането на проби, предназначени за официалния контрол върху съдържанието на олово, кадмий, живак и 3-MCPD в храните, се извършва в съответствие с описаните по-долу методи. Вземите по този начин съставни проби се считат за представителни по отношение на партидите или подпартидите, от които са взети. Спазването на ~~нормите за~~ максимално то ~~допустимото~~ съдържание, предвидено в Регламент (ЕО) 466/2001, се установява въз основа на определеното съдържание в лабораторните проби.

2. ОПРЕДЕЛЕНИЯ

Партида:	определено количество от хранителен продукт, доставено по едно и също време, за което длъжностното лице е установило, че съдържа общи характеристики като произход, разновидност, вид на опаковката, пакетчик, доставчик или маркировка. Размерът на рибите трябва да е сравним.
Подпартида:	част от голяма партида, предназначена за прилагане на метода за вземане на проби. Всяка подпартида трябва да е физически отделена и определена.
Точкова проба	количество материал, взето от едно единствено място от партидата или от подпартидата.
Съставна проба:	събраните и смесени всички точкови проби, взети от партидата или от подпартидата.
Лабораторна проба:	проба, предназначена за лабораторията.

3. ОБЩИ РАЗПОРЕДБИ

3.1. Персонал

Вземането на проби трябва да се извършва от квалифицирано лице, което е упълномощено за целта съгласно изискванията на държавите-членки.

3.2. Материал, от който се взема проба

От всяка партида, предназначена за анализ, се извършва самостоятелно вземане на проби.

3.3. Предпазни мерки

При вземането на проби и на подготовката на лабораторните проби трябва да се вземат предпазни мерки с оглед да се избегне настъпването на промени, които могат да засегнат съдържанието на олово, кадмий, живак и на 3-MCPD или да се отразят неблагоприятно върху аналитичното определяне или върху представителността на съставните проби.

3.4. Точкови проби

Доколкото е възможно, вземането на точкови проби се извършва от различни места на партидата или подпартидата.

Всяко отклонение от тази процедура трябва да се отбележи в протокола, предвиден в точка 3.8.

3.5. Изготвяне на съставните проби

Съставната проба се получава чрез събиране на всички точкови проби. Теглото ѝ трябва да бъде най-малкото 1 кг, ако е възможно, например, когато се взема проба от една опаковка.

3.6. Подразделяне на съставните проби на лабораторни проби за контрол, изпитване и оценка

Лабораторните проби, предназначени за контрол, изпитване и оценка, се вземат от хомогенизираната съставна проба, ако това не противоречи на действащите разпоредби за вземане на проби в държавите-членки. Размерът на лабораторните проби, предназначени за контрол, трябва да е достатъчен, за да дава възможност поне за повторен анализ.

3.7. Опаковане и изпращане на съставните и лабораторните проби

Всяка съставна или лабораторна проба се поставя в чист съд от инертен материал, който го защитава по подходящ начин от замърсяване, от загуба на анализираните вещества чрез адсорбция по вътрешната стена на съда и от повреди при транспортирането. Трябва да се вземат всички необходими предпазни мерки, за да ~~не~~ се предотврати промяна в съдържанието на съставните и лабораторните проби по време на тяхното транспортиране или съхранение.

3.8. Запечатване и етикетирание на съставните и лабораторните проби

Всяка официално взета проба се запечатва на мястото на вземане и се идентифицира съгласно действащите изисквания в държавата-членка. За всяко вземане на проба се съставя протокол за вземане на проби, който дава възможност за еднозначно идентифициране на всяка взета партида и се посочват датата и мястото на вземането на пробата, както и всяка ~~ква~~ друга допълнителна информация, която може да е полезна за анализатора.

4. ПЛАН ЗА ВЗЕМАНЕ НА ПРОБИ

В идеалния случай вземането на проби следва да се извършва в момента, в който продуктът се включва в хранителната верига, и на мястото, където отделната партида става определима. Прилаганият метод за вземане на проби трябва да гарантира, че съставната проба е представителна спрямо контролираната партида.

4.1. Брой на точковите проби

-При течните продукти, за които може да се предположи, че съответният замърсител е ~~хомогенно~~ разпределен в дадена партида, достатъчно е да се вземе една точкова проба на партида, която да съставлява съставната проба. Посочва се номерът на партидата. Течните продукти, които съдържат хидролизирани растителни протеини (HVP), или течният соев сос, трябва да се разклатят добре или да се хомогенизират с други подходящи средства преди да се вземе точковата проба.

За другите продукти минималният брой точкови проби, които следва да се вземат от партидата, е показан в Таблица 1. Точковите проби следва да имат еднакво тегло. Всяко отклонение от тази процедура трябва да се отбележи в протокола, предвиден в точка 3.8.

Таблица 1: Минимален брой точкови проби за вземане от една партида

Тегло на партидата (кг)	Минимален брой точкови проби за вз ем ан е
< 50	3
50 до 500	5
> 500	10

Ако партидата се състои от отделни опаковки, броят на опаковките, които трябва да се вземат, за да образуват съставната проба, е показан в Таблица 2.

Таблица 2: Брой на опаковките (точковите проби), които се вземат за образуване на съставната проба, ако партидата се състои от отделни опаковки

Брой на опаковките или единиците в една партида	Брой на опаковките или единиците, които трябва да се вземат	
1 до 25	1 опаковка или единица	
26 до 100	Около 5 %, най-малко 2 опаковки или единици	
> 100	Около 5 %, най-много 10 опаковки или единици	

5. СЪОТВЕТСТВИЕ НА ПАРТИДАТА ИЛИ НА ПОДПАРТИДАТА СЪС СПЕЦИФИКАЦИЯТА

За целите на контрола лабораторията извършва най-малко два независима анализа на лабораторните проби и изчислява средния резултат. Партидата се приема, ако средният резултат отговаря на максимално допустимото съдържание, посочено в Регламент (ЕО) № 466/2001. Тя се отхвърля, ако средният резултат надхвърля максимално ~~то допустимото~~ съдържание, определено в посочения регламент.

ПРИЛОЖЕНИЕ II

ПОДГОТОВКА НА ПРОБИТЕ И КРИТЕРИИ ЗА МЕТОДИТЕ НА АНАЛИЗ, ИЗПОЛЗВАНИ ПРИ ОФИЦИАЛНИЯ КОНТРОЛ ВЪРХУ СЪДЪРЖАНИЕТО НА ОЛОВО, КАДМИЙ, ЖИВАК И 3-МСРД В НЯКОИ ХРАНИ

1. УВОД

Основното изискване е да се взема представителна ~~н~~-хомогенна лабораторна проба, без да се внася вторично замърсяване.

2. СПЕЦИФИЧНИ ПРОЦЕДУРИ ЗА ПОДГОТОВКА НА ПРОБИ ЗА ОЛОВО, КАДМИЙ И ЖИВАК

Могат да се използват многобройни и специфични процедури за вземане на проби от разглежданите продукти. Описаните в проекта за норми на СЕН "Храни – Дозировка на следите от елементи - Критерии за резултатите и общи положения" са подходящи^(a), но могат да се прилагат и други.

При прилагането на която и да било процедура следва да се има предвид следното:

- миди, ракообразни и дребни риби: ако обикновено се консумират цели, вътрешностите им трябва да се включат в материала за анализ,

- зеленчуци: изпитват се само ядивните части съгласно изискванията на Регламент (ЕО) № 466/2001.

3. МЕТОД ЗА АНАЛИЗ, ИЗПОЛЗВАН ОТ ЛАБОРАТОРИИТЕ₂ И ИЗИСКВАНИЯ ЗА КОНТРОЛ

3.1. Определения

По-долу са дадени най-често срещаните определения, които лабораториите използват:

$r =$ повторяемост: стойността, под която абсолютната разлика между резултатите от две отделни измервания, получени при условия на

повторяемост (т.е. една и съща проба, един и същи оператор, една и съща апаратура, една и съща лаборатория и през кратък период от време) се получава с определена степен на вероятност (обикновено 95 %); оттук $t=2,8 \times s_r$

s_r = стандартно отклонение, изчислено въз основа на резултатите, получени при условия на повторяемост.

RSD_r = относително стандартно отклонение, изчислено въз основа на резултатите, получени при условия на повторяемост $[(s_r / \bar{x})]$, където $\bar{x}$ е средният резултат за всички лаборатории и проби.

R = възпроизводимост: стойността, под която абсолютната разлика между резултатите от две отделни измервания, получени при условия на възпроизводимост (т.е. от идентичен материал, получени от операторите в различни лаборатории, използващи стандартизиран метод за анализ) се получава с определена степен на вероятност (обикновено 95 %); оттук $t=2,8 \times s_R$.

s_R = стандартно отклонение, изчислено въз основа на резултати, получени при условия на възпроизводимост.

RSD_R = относително стандартно отклонение, изчислено въз основа на резултати, получени при условия на възпроизводимост $[(s_R / \bar{x}) \times 100]$.

$HORRAT_r$ = наблюдаваното RSD_r , разделено на стойността RSD_r , изчислена с уравнението на Хорвиц, при което $t=0,66R$.

$HORRAT_R$ = наблюдаваното RSD_R , разделено на стойността RSD_R , изчислена с уравнението на Хорвиц⁽⁶⁾.

3.2. Общи изисквания

Методите за анализ, използвани за контрол върху храните, трябва да съответстват, доколкото е възможно, на разпоредбите на параграф 1 и 2 от приложението към Директива 85/591/ЕИО.

Регламент (ЕИО) № 2676/90 на Комисията⁽¹⁾ за определяне на общностните методи за анализ, приложими във винарството, установява в Глава 35 от приложението метода, който следва да се използва при анализа на наличието на олово във виното.

⁽¹⁾ ОВ, L 272, 3.10.1990, стр. 1.

3.3. Специфични изисквания

3.3.1. Анализ на олово, кадмий и живак

Не се предписват специфични методи за определяне на съдържанието на олово, кадмий и живак. Лабораториите трябва да използват валидиран метод, който отговаря на критериите за оценка, посочени в Таблица 3. Доколкото е възможно, валидирането включва сертифициран референтен материал в образците за междулабораторни изпитвания.

Таблица 3: Критерии за оценка на методите за анализ на олово, кадмий и живак

Параметър	Стойност/Забележка
Приложимост	Храните, посочени в Регламент (ЕО) № 466/2001
Граница на откриване	Не повече от една десета от стойността, посочена в Регламент (ЕО) № 466/2001, освен ако посочената стойност за олово е по-малка от 0,1 мг/кг. В последния случай - не повече от една пета от посочената стойност.
Граница на определяне	Не повече от една десета от стойността, посочена в Регламент (ЕО) № 466/2001, освен ако посочената стойност за олово е по-малка от 0,1 мг/кг. В последния случай - не повече от две пети от посочената стойност.
Прецизност	Стойностите на $HORRAT_r$ или на $HORRAT_R$, по-малки от 1,5 при междулабораторните изпитвания за одобряване.
Аналитичен добив	80-120 % (както е посочено в междулабораторните изпитвания)
Специфичност	Без матрично или спектрално пречене

3.3.2. Анализ на 3-MCPD

Не се предписват специфични методи за определяне на съдържанието на 3-MCPD. Лабораториите трябва да използват валидиран метод, който отговаря на критериите за оценка, посочени в Таблица 4. Доколкото е възможно, валидирането включва сертифициран референтен материал в образците за междублабораторни изпитвания. Чрез междублабораторни изпитвания е валидиран специфичен метод, който отговаря на критериите, посочени в таблица 4^(B).

Таблица 4: Критерии за оценка на методите за анализ на 3-MCD

Критерий	Препоръчителна стойност	Концентрация
Празни проби	По-малка от границата на откриване	-
Аналитичен добив	75-110 %	Цялата
Граница на определяне	10 (или по-малко) мг/кг сухо вещество	-
Стандартно отклонение от празните проби	По-малко от 4 мг/кг	-
Очаквани стойности на вътрешнолабораторната прецизност - стандартно отклонение в условия на повторяемост при различни концентрации	< 4 мг/кг $\square < 6$ мг/кг < 7 мг/кг $\square < 8$ мг/кг < 15 мг/кг	20 мг/кг 30 мг/кг 40 мг/кг 50 мг/кг 100 мг/кг

3.4. Оценка на аналитичната точност и изчисляване на аналитичния добив

Доколкото е възможно, точността на анализа се оценява чрез включването на подходящ сертифициран референтен материал в аналитичната серия.

Вземат се предвид "Съгласувани правила за използване на информация за аналитичния добив при аналитичните измервания"^(r), разработени под егидата на IUPAC/ISO/AOAC.

Аналитичните резултати се отчитат коригирани или некоригирани. Начинът на отчитане и нивото на аналитичния добив трябва да се посочат.

3.5. Стандарти за качество, прилагани от лабораториите

Лабораториите трябва да спазват разпоредбите на Директива 93/99/ЕИО.

3.6. Представяне на резултатите

Резултатите следва да се представят в същите единици, в които са нормите за

максимално ~~допустимото~~ съдържание, посочени в Регламент (ЕО) № 466/2001.

БЕЛЕЖКИ

^(a) Draft Standart prEN 13084, “Foodstuffs – Determination of Trace Elements – Performance Criteria and General Considerations”, CEN, Rue de Stassart 36, B-1050 Brussels.

^(b) W. Horwitz, “Evaluation of Analytical Methods for Regulation of Foods and Drugs”, Anal. Chem., 1982, № 54, 67 A-76 A.

^(b) Метод за анализ за определяне на 3-моноклорпропан-1,2-диол в храни и хранителни съставки чрез използване на масспектрометрията, представен на CEN TC 275 и на AOAC International (също на разположение като "Report of the Scientific Cooperation task 3.2.6: Provision of validated methods to support the Scientific Committee on Foods recommendations rearding 3-MCPD in hydrolysed protein and foods”).

^(r) 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, № 71, 337-348.